



**HAL**  
open science

# Étude et réalisation d'un circulateur hyperfréquence à nano particules magnétiques orientées dans la bande 40-60GHz.

Taline Boyajian

► **To cite this version:**

Taline Boyajian. Étude et réalisation d'un circulateur hyperfréquence à nano particules magnétiques orientées dans la bande 40-60GHz.. Electromagnétisme. Université Jean Monnet - Saint-Etienne, 2011. Français. NNT: . tel-00670799v1

**HAL Id: tel-00670799**

**<https://theses.hal.science/tel-00670799v1>**

Submitted on 16 Feb 2012 (v1), last revised 14 May 2012 (v2)

**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.



# Thèse

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE JEAN MONNET DE SAINT ETIENNE

Discipline : Optique, Photonique et Hyperfréquences

**Taline BOYAJIAN**

Ingénieur en Télécommunications et Réseaux

## **Étude et réalisation d'un circulateur hyperfréquence à nano particules magnétiques orientées dans la bande 40-60GHz**

*Thèse financée par la Région Rhône-Alpes*

Directeur de thèse : **Didier Vincent**

Soutenue publiquement le 27 Septembre 2011 devant les membres du jury :

A. JACOB	Professeur, Technische Universität Hamburg-Harburg, Allemagne	Rapporteur
P. QUEFFELEC	Professeur, Université de Bretagne Occidentale, France	Rapporteur
P. FERRARI	Professeur, Université Joseph Fourier de Grenoble, France	Président du jury
M. LE BERRE	Maître de Conférence, HDR, INSA de Lyon, France	Co-directrice de thèse
S. NEVEU	Maître de Conférence, Université Pierre et Marie Curie, France	Examinatrice
J-J. ROUSSEAU	Professeur, Université Jean Monnet, France	Examinateur
D. VINCENT	Professeur, Université Jean Monnet, France	Directeur de thèse



*“...by the grace of God  
I am what I am...”*

*(1 Corinthians 15:10)*



# Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire Télécom Claude Chappe (LT2C) de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne et a été soutenu financièrement par la région Rhône-Alpes.

Je tiens à remercier toutes les personnes du Laboratoire Télécom Claude Chappe (LT2C) qui ont par leur concours direct ou indirect, soutenu les travaux réalisés dans cette thèse.

En tout premier lieu, je remercie vivement mon directeur de thèse, Monsieur Didier Vincent, Professeur à Télécom Saint-Etienne, école d'ingénieurs de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne, et membre permanent du Laboratoire LT2C pour son encadrement constant de mes travaux. Ses compétences scientifiques et ses nombreuses idées dans le domaine de la recherche ainsi que ses critiques et ses corrections ont été essentielles pour la progression de ma thèse. Je remercie aussi son soutien tout au long de ma thèse, au cours des réunions régulières de l'équipe de travail ainsi que pour les congrès scientifiques.

Mes remerciements les plus honnêtes à Monsieur Jean-Jacques Rousseau, professeur à l'IUT de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne et directeur du laboratoire LT2C, d'avoir participé vivement au travail expérimental pour la fabrication du composant. Je n'oublierais pas les longues séances en salle blanche qu'il m'a accordées dans ce but. Les discussions avec lui ainsi que ses idées fructueuses ont permis de réaliser l'étude expérimentale. Sa bonne humeur m'a permis de gérer le stress du travail expérimental avec toutes les difficultés et les obstacles rencontrés.

J'exprime ma sincère reconnaissance à Monsieur Patrick Quéffelec, professeur à l'Université de Bretagne Occidentale, France, pour l'honneur qu'il me fait en ayant accepté de faire partie du jury de ma thèse en qualité de rapporteur.

J'exprime également mes remerciements à Monsieur Arne Jacob, professeur à Technische Universität Hamburg-Harburg, Allemagne, de m'avoir fait l'honneur d'accepter la responsabilité de rapporter sur ce travail.

Je remercie Monsieur Philippe Ferrari, professeur à l'Université Joseph Fourier de Grenoble, France, d'avoir accepté de juger ce travail en présidant le jury.

L'achèvement de ces travaux a été rendu possible grâce à l'aide conséquente apportée par les membres des différents laboratoires de recherche collaborant dans ce travail de thèse régional :

- Madame Sophie Neveu du laboratoire **Physicochimie des Electrolytes, Colloïdes et Sciences Analytiques – Paris (PECSA)**,
- Madame Martine Le Berre de l'**Institut des Nanotechnologies de Lyon (INL)**,
- Monsieur Xavier Chaud et Monsieur Eric Beaunon du **Consortium de Recherches pour l'Emergence de Technologies Avancées – Grenoble (CRETA)**.

Je m'en voudrais d'oublier tous les membres de l'équipe Composants Hyperfréquences qui m'ont apporté leur aide et leur soutien. Je précise particulièrement François et Damien pour leur aide dans les domaines chimique, optique et technique.

Aussi, je remercie Jean-Pierre pour les multiples mesures au profilomètre et ses compétences nécessaires à la réalisation des dépôts sous vide, Marie-Françoise pour les photos de MEB, Béatrice pour la caractérisation hyperfréquence, Eric, Ali ainsi que les secrétaires du laboratoire Amélie, Chantal et Julie.

Je ne saurais oublier le personnel administratif de Télécom Saint-Etienne, le responsable de formation, Bruno Sauviac, le personnel technique, Christian Forissier et Gilbert Varrenne, pour leurs nombreuses interventions et les enseignants, dont Cécile Barat, et Alain Aubert, qui m'ont assisté pendant mon parcours dans le service d'enseignement.

J'exprime également ma sincère reconnaissance de manière générale à tous les membres du personnel administratif de l'Université Antonine, Liban, où j'ai acquis mes connaissances scientifiques et universitaires. Et plus particulièrement, au Professeur Chadi Nader qui a mené la collaboration entre l'université Antonine et l'université Jean Monnet dans le cadre d'un programme de Master spécialisé en dispositifs micro-ondes, ce qui m'a permis par la suite, de poursuivre des études doctorales dans ce domaine.

Une pensée particulière à tous les docteurs : Oussama, Aziza, Salim, Bassel, Ismail, Fadi, Souad qui m'ont donné des conseils pratiques, les collègues-doctorants : Renata, Faouzi (merci pour les longues séances d'alignement en salle blanche !!!), Elie, Amir, Hadi, Antoine...qui m'ont soutenu surtout pendant les trois années de thèse, et les stagiaires qui étaient là en passage.

Je remercie également les membres de l'équipe SATin, Mikael, Jérémy, Benjamin et Abakar avec qui j'ai partagé le bureau durant les deux premières années de thèse. Les diverses discussions ont créé une ambiance de travail amicale et confortable.

Ensuite, je tiens à remercier vivement ma nouvelle famille en France, les personnes les bien-aimées, leur présence et support ont contribué énormément à ma réussite : Gilbert, Rola, Jojo, Pierre, Diala et le petit Mathieu, Roukoz, Wajdi, Ali, Carine, Imène, Domenico, Wajih, Amélie, Issam...et tous mes amis que j'ai fait connaissance pendant mon séjour en France et avec qui j'ai passé des moments inoubliables.

Enfin, vient ma famille !!! Merci Bab, Mam, Tam et Garrouna pour votre support premier pour faire cette thèse, eh oui, j'ai passé de longs moments de solitude pleins de nostalgie loin de vous...Je remercie également tous les membres de ma grande famille, mes oncles, tantes, cousins et cousines, ainsi que mes amis au Liban pour leur suivi constant et à distance : Nora, Martine, Sylvia, Pegor, Maria, Tony, Eddy, Christiane, Henry, Patil...

J'espère que je n'ai pas oublié de citer quelqu'un, si je l'ai fait, excusez-moi, vous êtes tous dans mon cœur, mes pensées et ma vie...

Finalement, je suis à Dieu et à lui je retourne...Je ne peux pas exprimer ma gratitude à mon créateur, sauveur, et consolidateur, sans lui je ne pourrais jamais être là...

---

# **Table des matières**

---





<b>TABLE DES MATIERES .....</b>	<b>7</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>11</b>
<b>CHAPITRE 1. DISPOSITIFS HYPERFREQUENCES ET MILIEUX MAGNETIQUES.....</b>	<b>17</b>
1.1 INTRODUCTION -----	21
1.2 LES CIRCULATEURS -----	23
1.2.1 Circulateurs à effet Faraday -----	25
1.2.2 Circulateurs à éléments localisés -----	25
1.2.3 Circulateurs à jonction -----	26
1.2.4 Circulateurs à la rémanence ou autopolarisés -----	34
1.3 AUTRES DISPOSITIFS A FERRITE-----	35
1.4 MATERIAUX MAGNETIQUES-----	36
1.4.1 Généralités -----	37
1.4.2 Formes de magnétisme -----	39
1.4.3 Les Ferrites -----	42
1.4.4 Propriétés -----	44
1.4.5 Élaboration des ferrites -----	50
1.4.6 Modèles de ferrites-----	52
1.5 L'UTILISATION DES MATERIAUX DE SUBSTITUTION AUX FERRITES -----	59
1.6 CONCLUSION -----	60
1.7 REFERENCES-----	61
<b>CHAPITRE 2. MATERIAUX MAGNETIQUES COMPOSITES.....</b>	<b>65</b>
2.1 INTRODUCTION -----	69
2.2 MATERIAUX COMPOSITES -----	70
2.3 PARTICULES MAGNETIQUES -----	70
2.4 LOIS DE MELANGES -----	74
2.5 MODELE COMPORTEMENTAL DU MATERIAU COMPOSITE -----	77
2.5.1 Modèle Développé au LT2C-----	77
2.5.2 Exemples de résultats obtenus-----	85
2.6 RESINES -----	90
2.6.1 Les polyimides-----	91
2.6.2 BCB : BenzoCycloButène commercialisée-----	91
2.6.3 LCP : Liquid Crystal Polymer -----	91
2.6.4 SU-8-----	92
2.7 TECHNIQUES DE DEPOT EN COUCHES MINCES -----	92
2.7.1 Étalement « Spin coating » -----	93
2.7.2 Trempage-retrait « Dip Coating » -----	94
2.7.3 Dépôt sous champ magnétique -----	95
2.7.4 Traitement des couches minces -----	96
2.8 EXPERIMENTATION : MANIPULATION DES CONSTITUANTS DU MATERIAU COMPOSITE	96
2.8.1 Résine SU-8 2000 -----	97
2.8.2 Nanoparticules d'Hexaferrite de Baryum -----	102
2.9 COUCHES NANOCOMPOSITES -----	107
2.9.1 Caractérisation hyperfréquence -----	107
2.9.2 Mesures optiques-----	117
2.9.3 Homogénéisation du mélange nanocomposite -----	120

2.9.4 Salle blanche -----	125
2.10 CONCLUSION -----	128
2.11 REFERENCES -----	129
<b>CHAPITRE 3. MODELISATION DU CIRCULATEUR .....</b>	<b>133</b>
3.1 INTRODUCTION -----	137
3.2 MODELISATION DU CIRCULATEUR AVEC UNE COUCHE MAGNETIQUE -----	138
3.2.1 Modélisation analytique du circulateur triplaque -----	138
3.2.2 Modélisation numérique -----	146
3.3 MODELISATION DU CIRCULATEUR AVEC UN MATERIAU COMPOSITE -----	159
3.3.1 Modélisation analytique -----	159
3.3.2 Modélisation numérique -----	165
3.4 CONCLUSION -----	173
3.5 REFERENCES -----	174
<b>CHAPITRE 4. REALISATION ET CARACTERISATION HYPERFREQUENCE .....</b>	<b>175</b>
4.1 INTRODUCTION -----	179
4.2 PROCEDE DE FABRICATION DU CIRCULATEUR -----	180
4.2.1 Plan de masse inférieur -----	180
4.2.2 Matériau magnétique composite -----	182
4.2.3 Plan conducteur -----	185
4.3 CARACTERISATION HYPERFREQUENCE -----	186
4.3.1 Banc de mesure hyperfréquence du laboratoire LT2C -----	186
4.3.2 Mesure des paramètres S des prototypes -----	187
4.4 PERSPECTIVES -----	194
4.4.1 Perspectives concernant le matériau magnétique -----	194
4.4.2 Perspectives concernant les étapes technologiques -----	194
4.4.3 Perspectives pour réduire les pertes d'insertion -----	195
4.4.4 Perspectives concernant la caractérisation hyperfréquence -----	195
4.5 CONCLUSION -----	196
4.6 REFERENCES -----	197
<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>199</b>
<b>ANNEXES .....</b>	<b>205</b>

---

---

# **Introduction Générale**

---

---



# Introduction générale

Ces dernières années le domaine des télécommunications a connu un important essor dans les services offerts ainsi que dans la technologie utilisée pour la fabrication de ses composants. La demande pour ces nouvelles applications est toujours croissante, à la recherche de meilleures performances à moindres coûts.

Les dispositifs hyperfréquences assurant les fonctions de traitement de signal dans les systèmes de télécommunications sont à leur tour, confrontés à des défis de croissance. Ainsi des circuits de petites tailles opérant à des hautes fréquences deviennent essentiels. Le procédé technologique de fabrication doit comprendre alors des étapes simples et à faibles coûts, assurant une fabrication collective ainsi qu'une connexion facile avec d'autres circuits et modules.

Dans les applications sans fil et notamment dans les modules « émission/réception », les circulateurs semblent être les dispositifs hyperfréquences les plus appropriés permettant l'émission et la réception des signaux simultanément à l'aide d'une seule antenne. Ils sont employés dans des systèmes tels que les radars, les liaisons satellitaires ou encore la téléphonie mobile...Ce sont des dispositifs non-réciproques exploitant les propriétés des matériaux magnétiques aimantés. Ces matériaux magnétiques sont de plus en plus étudiés pour obtenir de meilleures performances et assurer l'optimisation des dispositifs dans lesquels ils sont intégrés.

Le circulateur, étudié dans l'état de l'art, est plus couramment fabriqué dans la technologie microruban et triplaqué. Des ferrites conventionnels sous forme de couches minces peuvent être intégrés. Ces diélectriques magnétiques requièrent cependant un champ magnétique de polarisation externe, assuré par des aimants lourds et volumineux. Les besoins de miniaturisation orientent le choix du matériau magnétique vers des matériaux polarisés opérant à hautes fréquences sans le besoin d'un champ externe ; les ferrites hexagonaux sont de bons exemples. Les techniques de fabrication de couches minces sont confrontées à des défis de cristallisation ou orientation des moments magnétiques du matériau qui s'effectue à hautes températures. Devant ces limitations technologiques, les matériaux magnétiques composites paraissent être une solution encourageante.

A. Saïb a conçu un circulateur microruban avec un matériau magnétique constitué d'une membrane polymère et de nanofils ferromagnétiques avec une porosité de 3%. Cependant le niveau de transmission obtenu reste insuffisant.

JF. Allaëys a étudié la possibilité d'utiliser des membranes chargées de nanofils métalliques magnétiques comme matériau non-réciproque dans des circulateurs

hyperfréquences. Malheureusement, des pertes d'insertion de plus de 10 dB ont été obtenues.

Dans ce cadre, ce travail de thèse s'intéresse à « l'étude et la réalisation d'un circulateur hyperfréquence à nano particules magnétiques orientées dans la bande 40 - 60 GHz ». Cette thèse s'intègre dans un projet de la région Rhône-Alpes regroupant le **Laboratoire Télécom Claude Chappe (LT2C)** de l'université Jean Monnet de Saint Etienne, l'**Institut des Nanotechnologies de Lyon (INL)**, le laboratoire **Physicochimie des Electrolytes, Colloïdes et Sciences Analytiques – Paris (PECSA)** et le **Consortium de Recherches pour l'Emergence de Technologies Avancées – Grenoble (CRETA)**.

Ce projet s'appuie sur le développement de couches de nanoparticules d'hexaferrite de baryum incluses et orientées dans une matrice hôte dans le but de concevoir et réaliser un circulateur coplanaire. Ce composant hyperfréquence devra opérer à très haute fréquence, au – delà de 30 GHz et sans aimants permanents.

L'objectif du travail présenté dans cette thèse est de définir, la structure du circulateur hyperfréquence de manière théorique en s'appuyant sur des modèles théoriques déjà existants. Les règles de dimensionnement sont ensuite développées à partir de la création d'une structure coplanaire en trois dimensions du circulateur en utilisant un logiciel de simulation électromagnétique 3D (HFSS). L'étude expérimentale est une partie très importante de ce travail. Les différents constituants de la structure étudiée, particulièrement le matériau magnétique composite a fait l'objet de longues expérimentations.

Le premier chapitre de thèse concerne la présentation générale du domaine des hyperfréquences. Cela a été exposé sous deux volets : les dispositifs hyperfréquences et les milieux magnétiques. Un état de l'art a été dressé dans le but de présenter les différentes topologies ainsi que les diverses études relatives aux circulateurs. La topologie coplanaire est la topologie choisie pour notre application. Le circulateur à fabriquer au cours de ce travail fait partie de la famille des circulateurs à la rémanence ou « auto-polarisés ». Ensuite, une étude bibliographique des milieux magnétiques permet de comprendre les généralités ainsi que les différentes formes de magnétisme. Les ferrites et leurs propriétés ont été aussi exposés. L'élaboration des ferrites dans leurs formes massives ainsi que sous leur forme de couche mince a été discutée. Enfin, la bibliographie des différents modèles analytiques de matériaux magnétiques a été rappelée suivant l'état d'aimantation de ces matériaux : état désaimanté, état saturé et l'état partiellement aimanté.

L'objet du chapitre 2 est de présenter les matériaux composites. En général, il s'agit de matériaux magnétiques (particules ou fils) insérés ou dispersés dans une matrice hôte. Dans notre cas, les particules magnétiques de tailles nanométriques sont celles

introduites dans la résine SU8 de la société MicroChem. Les particularités de ces nanoparticules ainsi que celles des résines sont largement exposées. Des détails de synthèse et de caractérisations magnétiques des nanoparticules d'hexaferrite de baryum ont montré la possibilité de créer une couche nanocomposite orientée. Les lois de mélanges présentées en résumé, montrent la difficulté de la modélisation analytique des matériaux magnétiques composites. Elle doit tenir compte des divers facteurs comme par exemple, la forme, la taille, l'organisation géométrique et magnétique des particules...etc. Pour répondre à notre besoin, nous avons développé un modèle propre au laboratoire qui prend en compte l'orientation et la concentration des particules.

Les étapes de dépôt de couches minces en salle blanche sont introduites pour expliquer le processus de fabrication. Des tests chimiques ont précisé le choix des particules, et les solvants utilisés pour homogénéiser le mélange nanocomposite. Les particules frittées et surfactées ont été choisies en raison de leurs meilleures propriétés magnétiques et de leur meilleure miscibilité avec la résine. Des mesures optiques et hyperfréquences permettent de caractériser le composite et ses constituants. L'influence des étapes technologiques sur la couche composite obtenue a été identifiée.

Au cours du troisième chapitre, le circulateur est modélisé analytiquement et numériquement. Cela permet d'expliquer son fonctionnement et de définir les designs des prototypes pour la fabrication. L'étude analytique est basée principalement sur l'étude de Bosma concernant le circulateur triplaque car on ne dispose pas de modèle théorique pour modéliser le circulateur dans sa topologie coplanaire. Ce design triplaque est ensuite étudié numériquement en utilisant le simulateur numérique HFSS. En utilisant la théorie de Bosma et notre modèle de matériau, on peut évaluer analytiquement la performance d'un circulateur à nanocomposite. On note très clairement l'influence de la concentration et de l'orientation des nanoparticules. Les dimensions de ce circulateur triplaque sont ensuite utilisées pour dimensionner le circulateur dans sa topologie coplanaire. Les largeurs des lignes d'accès ainsi que les fentes de la ligne conductrice ont été choisies en tenant en compte des restrictions de la propagation quasi-TEM. Différentes structures en trois dimensions sont proposées dans le but de modéliser numériquement le circulateur en essayant de traduire au mieux le comportement du matériau magnétique sous sa forme composite. Comme les particules ont des tailles nanométriques et qu'elles peuvent être aléatoirement distribuées et orientées, la modélisation géométrique en 3D devient impossible. Cela limite la possibilité de simuler la structure réelle. La modification des propriétés magnétiques et géométriques de ce matériau magnétique donnent une première prédiction du comportement du dispositif. Les paramètres S du circulateur sont calculés afin d'estimer ses performances.



Le procédé de fabrication final est décrit dans le dernier chapitre, le chapitre 4. Les étapes successives montrent les difficultés rencontrées ainsi que les alternatives utilisées. Les deux designs définis à partir de la modélisation numérique ont été fabriqués. Le banc de mesure hyperfréquence est utilisé pour caractériser les prototypes fabriqués. Des perspectives sont présentées pour résoudre les difficultés rencontrées et pour pouvoir améliorer les performances du circulateur fabriqué. La faisabilité de réalisation de ce composant a été concrètement démontrée.

---

## **Chapitre 1.**

# **Dispositifs hyperfréquences et milieux magnétiques**

---



# Chapitre 1. Dispositifs hyperfréquences et milieux magnétiques

1.1	INTRODUCTION	21
1.2	LES CIRCULATEURS	23
1.2.1	<i>Circulateurs à effet Faraday</i>	25
1.2.2	<i>Circulateurs à éléments localisés</i>	25
1.2.3	<i>Circulateurs à jonction</i>	26
1.2.3.1	Structure guide d'onde	26
1.2.3.2	Structure triplaque	27
1.2.3.3	Structure microruban	28
1.2.3.4	Structure coplanaire	31
1.2.4	<i>Circulateurs à la rémanence ou autopolarisés</i>	34
1.3	AUTRES DISPOSITIFS A FERRITE	35
1.4	MATERIAUX MAGNETIQUES	36
1.4.1	<i>Généralités</i>	37
1.4.2	<i>Formes de magnétisme</i>	39
1.4.2.1	Diamagnétisme	39
1.4.2.2	Paramagnétisme	39
1.4.2.3	Antiferromagnétisme	40
1.4.2.4	Ferromagnétisme	41
1.4.2.5	Ferrimagnétisme	41
1.4.3	<i>Les Ferrites</i>	42
1.4.3.1	Les spinelles ferrimagnétiques	42
1.4.3.2	Les grenats ferrimagnétiques	43
1.4.3.3	Les hexagonaux ferrimagnétiques	43
1.4.4	<i>Propriétés</i>	44
1.4.4.1	Résonance gyromagnétique	44
1.4.4.2	Phénomène de non-réciprocité	45
1.4.4.3	Anisotropies magnétiques	46
1.4.4.3.1	Anisotropie magnétocristalline	47
1.4.4.3.2	Anisotropie de forme	47
1.4.4.4	Domaines de Weiss / Parois de Bloch	47
1.4.4.5	Courbe d'aimantation (cycle d'hystérésis)	48
1.4.5	<i>Élaboration des ferrites</i>	50
1.4.5.1	Ferrites massifs	50
1.4.5.2	Couches minces	51
1.4.6	<i>Modèles de ferrites</i>	52
1.4.6.1	État désaimanté : Modèle de Schlömann	53
1.4.6.2	État saturé : Modèle de Polder	53
1.4.6.3	État partiellement aimanté	55
1.4.6.3.1	Modèle de Rado	55
1.4.6.3.2	Modèle de Green et Sandy	55
1.4.6.3.3	Modèle de Igarashi et Naïto	56
1.4.6.3.4	Modèle de Bouchaud et Zerah	57

1.4.6.3.5	Modèle de Gelin (GPT)-----	57
1.5	L'UTILISATION DES MATERIAUX DE SUBSTITUTION AUX FERRITES -----	59
1.6	CONCLUSION-----	60
1.7	REFERENCES -----	61

## 1.1 Introduction

Le domaine des micro-ondes apparut avec les bases théoriques données par Maxwell, théoricien fondateur de l'électromagnétisme moderne. Il a formulé dans les années 1860 les célèbres équations connues aujourd'hui sous le nom « équations de Maxwell » publiées en 1873 dans son traité sur l'électricité et le magnétisme [1]. Dès lors le domaine ne cesse de se développer. Outre le radar, qui s'est développé rapidement dans les années 1940, les communications par satellite ont été une étape majeure du développement des micro-ondes et techniques associées.

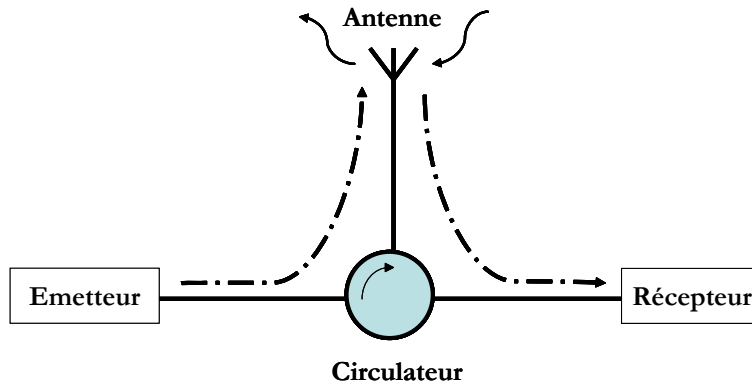
Actuellement la plupart des systèmes de télécommunication opérant à hautes fréquences repose sur la technologie des circuits micro-ondes. Les composants passifs non réciproques sont employés dans les systèmes de télécommunication sans fils tels que les duplexeurs de radar, la téléphonie mobile, les liaisons satellitaires...etc. Ils sont présents dans les applications hyperfréquences où il est nécessaire de découpler l'émission et la réception quand une seule fréquence porteuse est utilisée (cf. Figure 1.1).

Parmi ces composants citons les circulateurs et les isolateurs, qui assurent la circulation entre les différents ports dans un sens et pas dans l'autre. Les isolateurs servent à protéger une source d'énergie contre n'importe quelle énergie réfléchie surtout pour les applications micro-ondes à hautes puissances (circulateur ou isolateur en guide d'onde). Un circulateur trois ports peut-être utilisé comme un isolateur, en reliant son troisième port à une charge adaptée qui absorbe l'énergie réfléchie. Le premier circulateur à jonction Y en technologie guide d'onde a été conçu à la fin des années 1950, alors que le premier circulateur microruban sur un substrat de grenat a été introduit en 1965.

Ces composants passifs non réciproques utilisent des matériaux magnétiques ferrites qui leur confèrent leur non-réciprocité. Les ferrites de structure spinelle ont été les premiers utilisés, puis sont apparus des ferrites à structure de grenat (YIG) et les ferrites à structure hexagonale (baryum, strontium). Ces matériaux sont, en général, polarisés par des aimants externes fournissant un champ externe perpendiculaire ou parallèle au plan du ferrite selon l'application.

L'amélioration des performances de ces composants sont dues principalement à des progrès scientifiques et technologiques. Pour réduire la taille et l'encombrement de ces composants, la suppression des aimants de polarisation s'avère nécessaire. Cela est possible en intégrant un matériau magnétique dur, par exemple, un hexaferrite à forte anisotropie magnétocristalline. Les propriétés des matériaux magnétiques ainsi que

leurs différentes classes seront détaillés par la suite. Autre que la miniaturisation, le coût de ces composants est un élément majeur surtout dans les systèmes en contenant plusieurs milliers, qui nécessite une technologie de fabrication de masse.



**Figure 1.1: Circulateur utilisé pour la séparation des signaux émis et reçus**

Dans ce chapitre nous présenterons dans un premier temps, les principales familles des circulateurs, dispositifs micro-ondes non réciproques et nous situerons notre travail dans ce domaine de recherche. Les différentes géométries et structures étudiées dans la littérature sont rappelées. Dans un second temps, nous présenterons les milieux magnétiques avec leurs caractéristiques, propriétés, classes et moyens d'élaboration.

## 1.2 Les circulateurs

Les circulateurs sont constitués d'au moins trois ports d'accès orientés à  $120^\circ$  (cf. Figure 1.2) les uns des autres autour d'un conducteur central qui peut avoir différentes géométries (cf. Figure 1.3). L'élément qui crée la non-réciprocité, souvent un disque de ferrite, est placé sous le conducteur central. Ces composants passifs connus depuis une cinquantaine d'années font toujours l'objet des recherches pour l'amélioration de leurs performances et leur miniaturisation. Ces performances sont caractérisées par les pertes d'insertion, l'isolation, la réflexion et la largeur de bande.

Les pertes d'insertion ont différentes sources comme les pertes magnétiques, pertes diélectriques et pertes conducteurs. Un circulateur doit présenter des pertes d'insertion inférieures à 1 dB pour avoir un intérêt applicatif et une isolation d'au moins 20 dB.

La réflexion doit être faible, de l'ordre de -20 dB, ce qui signifie qu'on n'a pas d'onde réfléchie au niveau de chaque port (désignées par  $S_{ii}$ ).

La largeur de bande correspond à la plage de fréquences où l'on garantit une valeur d'isolation voulue ; c'est la bande de fréquences du fonctionnement du circulateur, en respectant les valeurs souhaitées de réflexion, isolation et de pertes d'insertion.

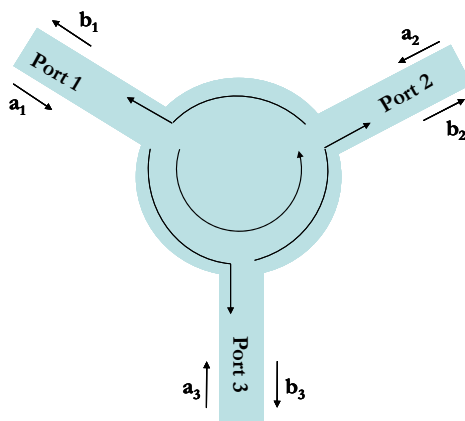


Figure 1.2: Circulateur à trois ports

Leurs propriétés sont exprimées par la matrice des paramètres S.

$$b = S * a \Rightarrow \begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \\ b_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} \\ S_{21} & S_{22} & S_{23} \\ S_{31} & S_{32} & S_{33} \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \\ a_3 \end{bmatrix}$$

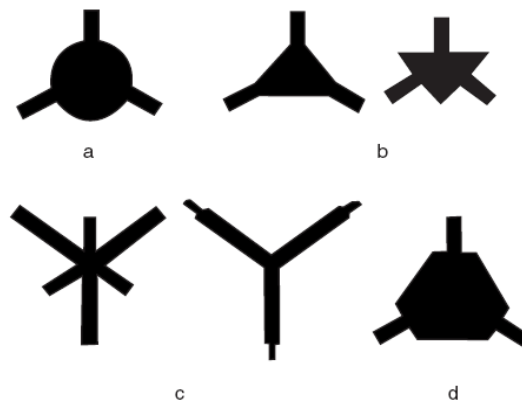


Les paramètres  $S_{11}$ ,  $S_{22}$  et  $S_{33}$  sont les coefficients de réflexion au niveau des ports 1, 2 et 3, alors que les paramètres  $S_{21}$ ,  $S_{32}$  et  $S_{13}$  sont des paramètres de transmission entre ports et correspondent aux pertes d'insertion du dispositif (s'il est adapté) (cf. Figure 1.2). Finalement, les paramètres  $S_{12}$ ,  $S_{23}$  et  $S_{31}$  sont les coefficients de transmission inverses du circulateur et correspondent à l'isolation entre ports (cf. Figure 1.2). Quand la circulation du signal se fait dans le sens des aiguilles d'une montre, la séquence de circulation sera  $1 \rightarrow 2 \rightarrow 3 \rightarrow 1$  et la matrice des paramètres  $S$  est donnée, dans le cas idéal, par :

$$S = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{bmatrix}$$

Les circulateurs sont classés en deux grandes familles : les circulateurs actifs et les circulateurs passifs à base de ferrite. Le circulateur étudié dans cette thèse fait partie de cette deuxième famille dont on décrit succinctement, ci-dessous, certains dispositifs :

- Circulateur à effet Faraday
- Circulateur à éléments localisés
- Circulateur à jonction : en guides d'ondes, en triplaque, microruban et coplanaire...
- Circulateur à la rémanence ou auto polarisé



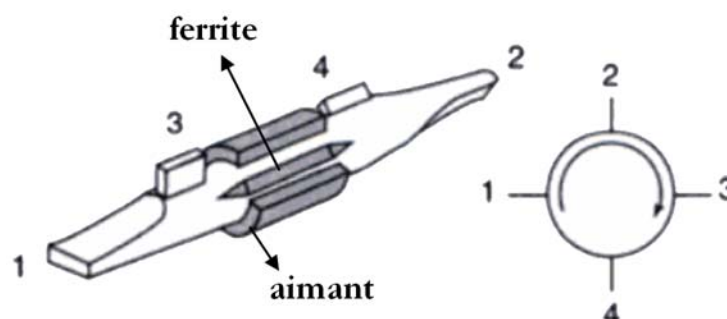
**Figure 1.3: Différentes géométries du conducteur central [2]**

Lorsqu'on parle de dispositifs ayant une taille réduite devant la longueur d'onde travaillant plutôt à basse fréquence, la technologie par éléments localisés est souvent utilisée. Elle consiste à utiliser des capacités et des inductances. Par contre, quand le

dispositif devient comparable en taille à la longueur d'onde, on parle alors de circuits à éléments distribués.

### 1.2.1 Circulateurs à effet Faraday

Dans le circulateur à rotation de Faraday on effectue une rotation de la polarisation de l'onde de  $45^\circ$ . La Figure 1.4 illustre ce type de circulateur. A gauche, cette section comporte une transition d'un guide d'onde rectangulaire à un guide d'onde circulaire au niveau du port 1. Le port 3 est un autre guide rectangulaire attaché au guide d'onde circulaire orthogonalement au port 1. On aperçoit la même chose au niveau de la section à droite contenant les ports 2 et 4. Cette section (ports 2 et 4) est décalée de  $45^\circ$  par rapport à la première section (ports 1 et 3).



**Figure 1.4: Circulateur à effet de Faraday**

Quand un signal ayant son vecteur champ électrique verticalement polarisé entre du port 1, il subit une rotation de  $45^\circ$  par l'effet du cylindre de ferrite au centre, et sort par le port 2. Ensuite un signal entrant du port 2 subit une rotation de  $45^\circ$  et sort du port 3, de même l'énergie est transmise du port 3 au port 4 et ainsi de suite...

Ce dispositif peut être utilisé comme un isolateur en reliant des charges adaptées aux ports 3 et 4. Les réflexions retour du port 2 ne sont pas renvoyées vers le port 1 parce qu'elles sont absorbées par la charge du port 3.

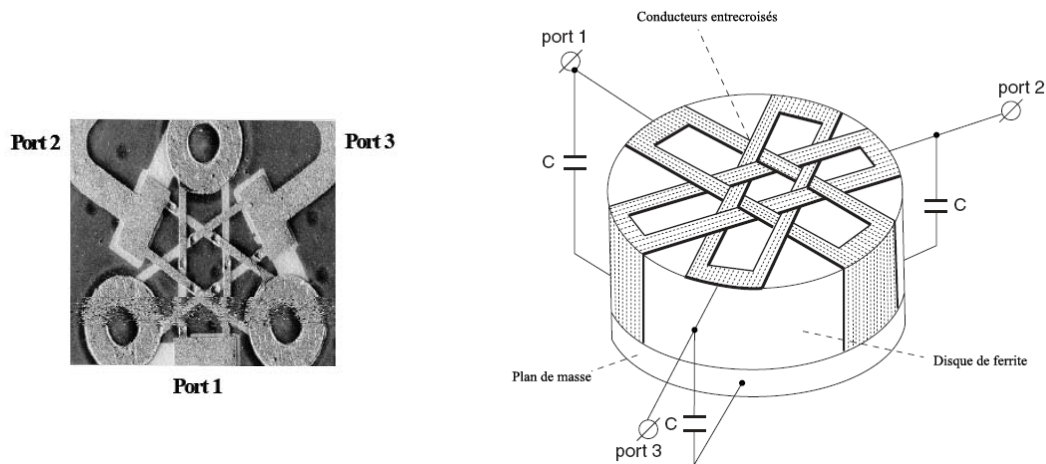
Le sens de rotation est fonction du sens du champ appliqué au ferrite. En effet ce champ est appliqué à l'aide d'un aimant entourant le ferrite. Lorsqu'il est appliqué dans le sens opposé, la circulation de l'énergie se fait du port 1 à 4 au lieu de 1 à 2.

### 1.2.2 Circulateurs à éléments localisés

Les circulateurs à éléments distribués fonctionnant en basses fréquences ont des grandes dimensions. La miniaturisation étant un défi, les circulateurs à éléments localisés s'avèrent intéressants. En effet, la taille de ces dispositifs est réduite car la taille du disque de ferrite est indépendante de la fréquence de travail.

Le circulateur à éléments localisés a été proposé par Kionishi [3]-[4]. Il est constitué d'un disque de ferrite avec trois paires de conducteurs centraux entrecroisés. Les bras de ces conducteurs successifs forment un angle de  $120^\circ$  (cf. Figure 1.5).

Le diamètre du disque de ferrite est inférieur à la longueur d'onde. L'épaisseur du ferrite équivaut au dixième de son diamètre.



**Figure 1.5: Circulateurs à éléments localisés [2]**

Les circuits à éléments localisés assurent une réduction de taille et de coût des isolateurs et circulateurs basses fréquences RF (téléphonie mobile). Le cœur de ce type de circulateur est composé d'un réseau d'inductances entrelacées, implantées sur un substrat de ferrite. Pour assurer la symétrie électrique et l'isolation du dispositif, des inductances sont intégrées séparées d'un angle de  $120^\circ$  chacune. La circulation du signal apparaît lorsque le matériau ferrite est aimanté. Ce circulateur à trois ports agit donc principalement avec le couplage non-réciproque d'un accès à l'autre par l'intermédiaire des éléments inductifs. Notons que la réalisation de circulateur à éléments localisés est délicate et des technologies de fabrication à moindre coût sont exigées.

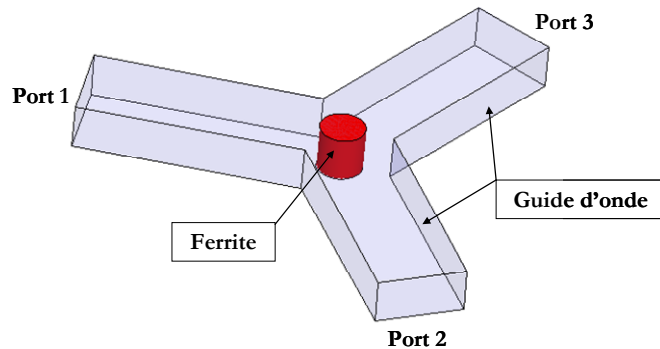
### **1.2.3 Circulateurs à jonction**

Les circulateurs à jonction sont en général peu encombrants en hyperfréquences et simples à réaliser. Au centre, se situe le ferrite qui peut avoir différentes formes et dimensions.

#### ***1.2.3.1 Structure guide d'onde***

Ce circulateur à jonction Y est composé de trois guides d'ondes espacés de  $120^\circ$ . Au centre, un ferrite va attribuer au circulateur sa non réciprocity (cf. Figure 1.6).

L'étude théorique de ce type de circulateur est assez complexe et a reçu beaucoup d'attention en littérature.



**Figure 1.6: Circulateur à guide d'onde**

Pour améliorer les performances et diminuer la complexité du procédé de fabrication de ce type de circulateur, de différentes études ont été réalisées en changeant les géométries et les dimensions du ferrite.

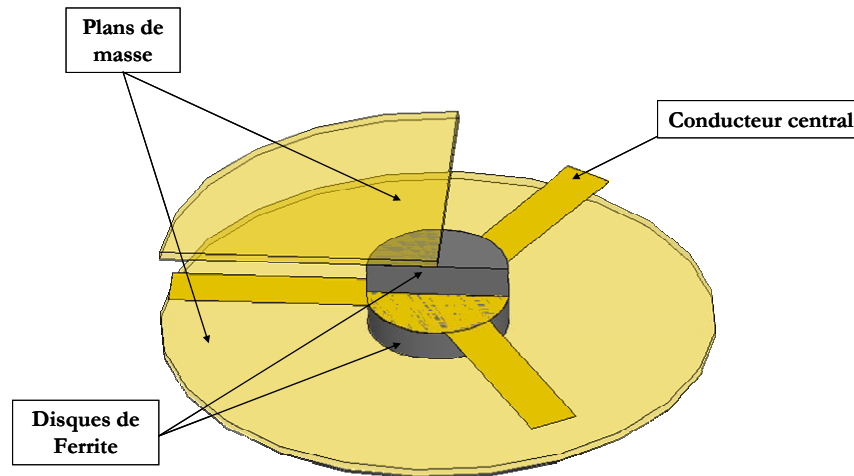
Une de ces études était celle d'E.K.N. Yung et al. [5] qui a analysé et développé un circulateur à jonction en guide d'ondes avec une sphère de ferrite. Également, J. Heszajn [6] a étudié plusieurs structures composite du cylindre central de ferrite : disque de ferrite bordé de part et d'autre de deux disques diélectriques et le tout entouré par un diélectrique porteur ou encore, un cylindre de ferrite enrobé par un diélectrique...

### **1.2.3.2 Structure triplaque**

Le circulateur triplaque à jonction Y présente un arrangement géométrique simple qui rend son étude analytique assez simple. Il s'agit d'une structure symétrique par rapport au conducteur central. En d'autres termes, comme la Figure 1.7 le montre, deux disques de ferrite sont séparés par le conducteur central, formé d'une partie centrale circulaire et trois lignes d'accès espacées de  $120^\circ$ . Deux plans de masse enveloppent de part et d'autre la structure. L'espace entre les deux plans de masse et entourant les disques de ferrite est occupé par le diélectrique. Le matériau ferrite est aimanté perpendiculairement au plan du disque par un champ magnétique statique créé par deux aimants situés de part et d'autre de la structure.

L'idée d'un circulateur à jonction à trois ports a été envisagée par Carlin (1954) sur des bases théoriques du traitement de la matrice des paramètres S de la jonction à trois ports. La forme actuelle du circulateur Y a été décrite pour la première fois par Schaug-Petersen (1957), et l'analyse de la jonction à trois ports contenant des ferrites placés symétriquement a été donnée par Fowler (1956). Bosma (1962) [7]-[8] a résolu le

problème des valeurs limites de la jonction triplaque à trois ports et a montré que la circulation dépend du déplacement du champ non réciproque et de l'interférence destructive au niveau des ports. Ainsi, il est devenu une référence importante pour les études sur ce type de circulateurs.



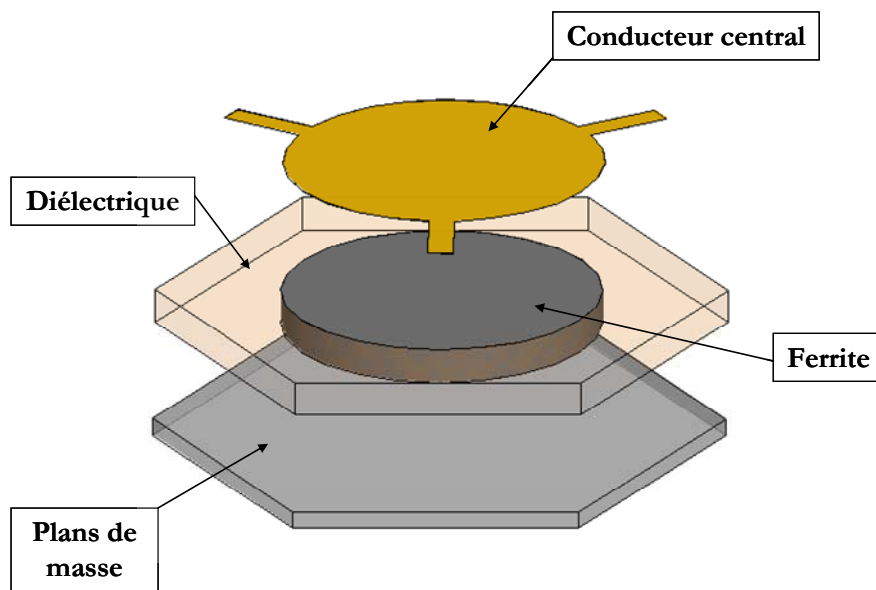
**Figure 1.7: Circulateur à jonction triplaque**

C.E. Fay et R.L. Comstock ont aussi étudié le fonctionnement du circulateur à jonction à base de ferrite en expliquant la rotation du champ magnétique du mode  $n=1$  de la jonction résonante quand elle est aimantée dans un champ magnétique externe [9].

### ***1.2.3.3 Structure microruban***

Le circulateur à jonction Y en microruban se compose d'un substrat diélectrique dans lequel est posé le matériau ferrite. Le substrat contenant le ferrite est placé sur un plan de masse inférieur. Enfin, le plan de conducteur sera la couche supérieure de la structure (cf. Figure 1.8). Le ferrite peut également être déposé en disque au-dessus du conducteur central, ou comme une couche entre le plan de masse et le plan conducteur central.

En se basant sur les travaux de Bosma, Y.S. Wu et F.J. Rosenbaum ont adapté la théorie pour ce type de circulateurs [10].



**Figure 1.8: Structure d'un circulateur en microruban**

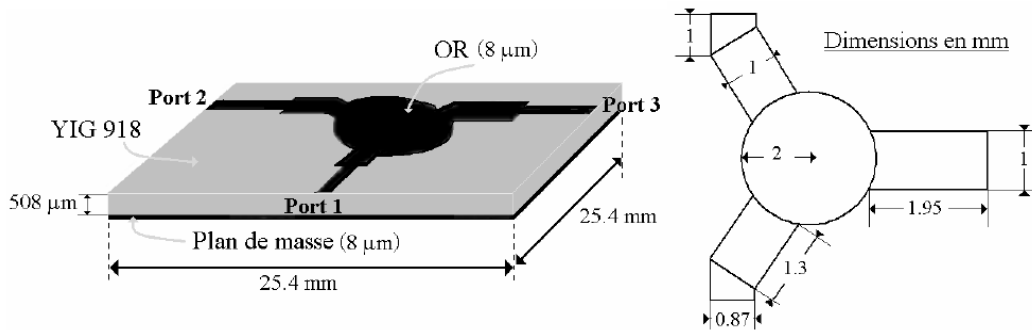
L'utilisation de ce type de circulateur (plutôt que le triplaque) s'avère rentable. Zeina et al. [11] ont pu démontrer la faisabilité des circulateurs autopolarisés en triplaque et en microruban, montrant ainsi l'intérêt des ferrites hexagonales en hyperfréquence. Un circulateur en microruban fonctionnant à une fréquence de 37.48 GHz a été testé. Les disques de ferrite ont un diamètre de 1.5 mm, on obtient ainsi des pertes d'insertion de 1.06 dB, une isolation de 11.01 dB et une réflexion de 17 dB.

Un circulateur à jonction Y en microruban dans la bande X a été fabriqué par How et al. [12]. Le matériau ferrite utilisé était le YIG monocristallin de 100  $\mu\text{m}$  d'épaisseur et le plan de masse en cuivre de 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Des pertes d'insertion de 1.34 dB et une isolation de 20 dB ont été obtenues dans une bande de fréquence de 1 GHz centrée sur 9 GHz. Le circulateur micro-ruban mesuré par S.A. Oliver et al. [13] a donné des pertes d'insertion de 6.9 dB, une isolation de 37 dB et une réflexion de 8.5 dB pour une fréquence de 29 GHz.

La difficulté de la fabrication des disques de ferrite très fins a conduit à remplacer ce disque par une sphère de ferrite. Cela est avantageux, car la forme sphérique présente des effets démagnétisants plus petits autorisant l'application d'un champ de polarisation externe réduit [14].

A. Guennou [15] a démontré la faisabilité des circulateurs miniatures dans le domaine des ondes centimétriques (3-30 GHz). Son travail est basé sur le circulateur à jonction Y en technologie microruban fonctionnant dans la bande X et polarisé par un aimant externe. Les conducteurs et le plan de masse en or de 8  $\mu\text{m}$  sont obtenus en

déposant successivement deux couches d'or de  $4\ \mu\text{m}$  d'épaisseur. Les lignes d'accès sont déposées sur le substrat de ferrite (YIG) et reliées à des lignes de 50 ohms (cf. Figure 1.9). Une grande importance a été donnée pour le dispositif de polarisation et l'uniformité de ce champ. L'intensité du champ appliqué au centre de la jonction était proche de 3000 Oe dans chacune des configurations d'aimants symétriques (deux aimants) ou non-symétriques (un seul aimant).



**Figure 1.9: Circulateur proposé par A. Guennou [15]**

A. Saib [16] a conçu un circulateur microruban basé sur un matériau magnétique qui combine une membrane polymère avec une matrice de nanofils ferromagnétiques (cf. Figure 1.10). Le fonctionnement du circulateur est observé à la fréquence de 26 GHz avec une isolation de 28 dB. Le diamètre du disque est de 5 mm et une porosité de 3% était utilisée. Il est à noter que le niveau de la transmission maximale est bas car ce premier prototype n'a pas été optimisé (pertes importantes).

B.K. O'Neil [17], a conçu un circulateur microruban à jonction-Y en intégrant un disque de ferrite de Strontium, qui possède une forte anisotropie (entre 1.7 T et 2.1 T), de rayon 0.75 mm et d'épaisseur de 0.5 mm. Cette étude a donné des pertes d'insertion de 0.5 dB et une bande passante de 5% autour de 20 GHz. Ces résultats montrent la faisabilité d'un circulateur auto-polarisé microruban à faibles pertes à base de ferrite SrM.

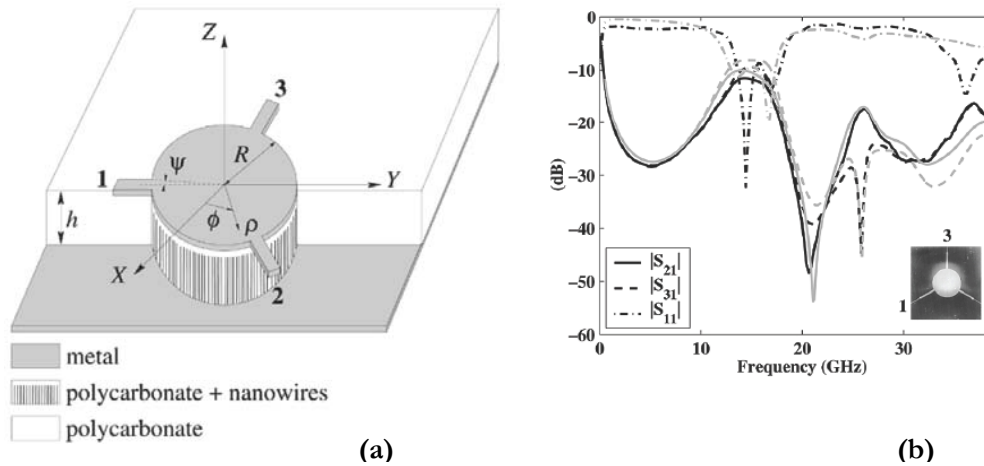


Figure 1.10: Schéma tridimensionnel du circulateur microruban de A. Saib (a) et les paramètres S illustrant ses performances (b) [16]

#### 1.2.3.4 Structure coplanaire

Le circulateur coplanaire, comme son nom l'indique, a ses connexions dans un même plan. Autrement dit, la masse et le conducteur central se situent au même niveau (cf. Figure 1.11). Cela facilite le procédé de fabrication en réduisant les étapes de photolithographie et en minimisant le coût.

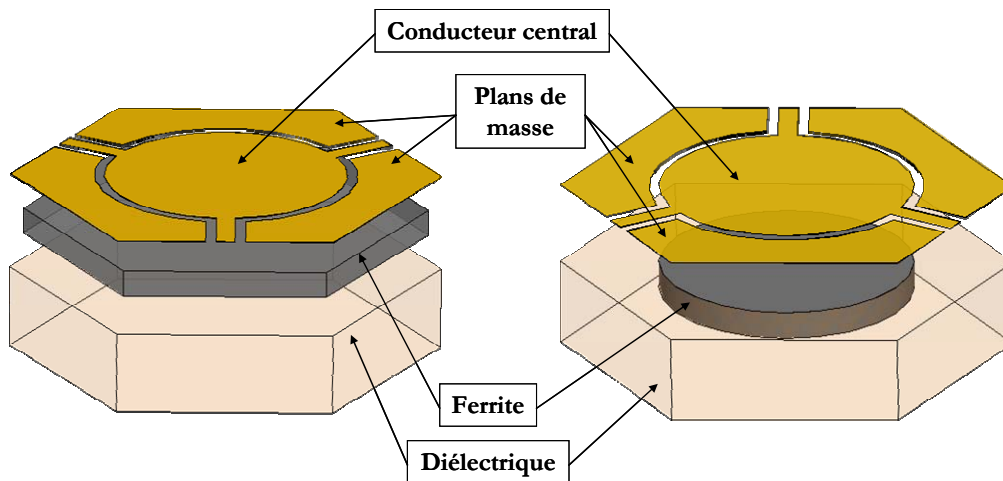
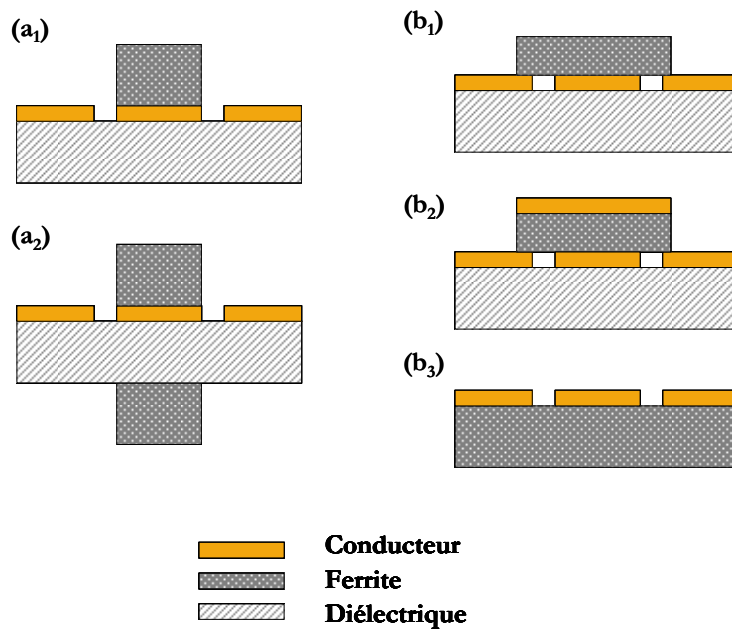


Figure 1.11: Circulateur Coplanaire

La structure donnée par la figure ci-haut montre la disposition des différents plans : le diélectrique, le ferrite, le conducteur central formé d'une partie centrale circulaire et trois lignes d'accès formant  $120^\circ$ . Les plans de masse sont placés latéralement dans les espaces se situant entre les lignes d'accès. Notons que, le ferrite peut être placé au-dessus du plan conducteur. Ce ferrite peut être sous forme de disque au centre (au-



dessus/au-dessous du conducteur circulaire central) ou également sous forme de plan de ferrite sur toute la surface (cf. Figure 1.12).

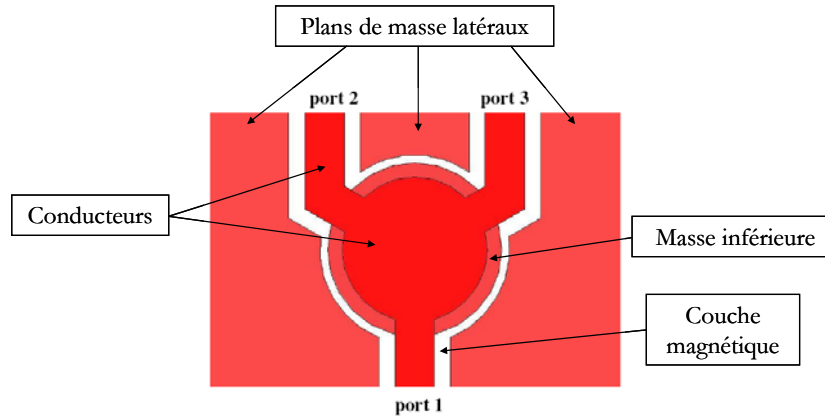


**Figure 1.12: Structures coplanaires par K. Koshiji et E. Shu (a) et par N. Ogasawara et M. Kaji (b)**

Différentes structures coplanaires ont été réalisées par N. Ogasawara et M. Kaji [18]. De meilleures performances ont été obtenues pour la configuration constituée d'un plan de ferrite et un plan conducteur qui viennent s'installer sur la ligne coplanaire (diélectrique et plan conducteur) (cf. Figure 1.12 (b<sub>2</sub>)).

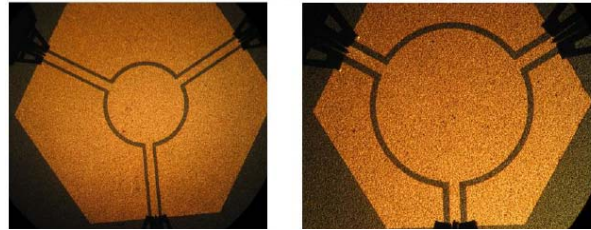
De même, K. Koshiji et E. Shu [19] ont présenté deux configurations : une en intégrant un disque de ferrite sur le conducteur central et l'autre en utilisant deux disques de ferrite situés de part et d'autre du conducteur central (cf. Figure 1.12 (a<sub>2</sub>)). Cette deuxième configuration a donné expérimentalement de meilleures performances ; soit une isolation de 19 dB et des pertes d'insertion de 0.8 dB pour une fréquence de fonctionnement de 9.5 GHz.

Des travaux récents ont été menés au sein du laboratoire LT2C sur le circulateur coplanaire à couches minces magnétiques. E. Bénévent [20] a modélisé une structure miniaturisée opérant entre 40 et 50 GHz (cf. Figure 1.13). Le circulateur étudié utilise une couche magnétique de baryum BaM supérieure à 10  $\mu\text{m}$  avec des lignes d'accès coudées. L'observation d'un effet non réciproque a permis de valider ces travaux. Cependant des améliorations sont nécessaires pour obtenir l'orientation cristalline de l'hexaferrite de baryum selon une direction perpendiculaire au plan de la couche mince.



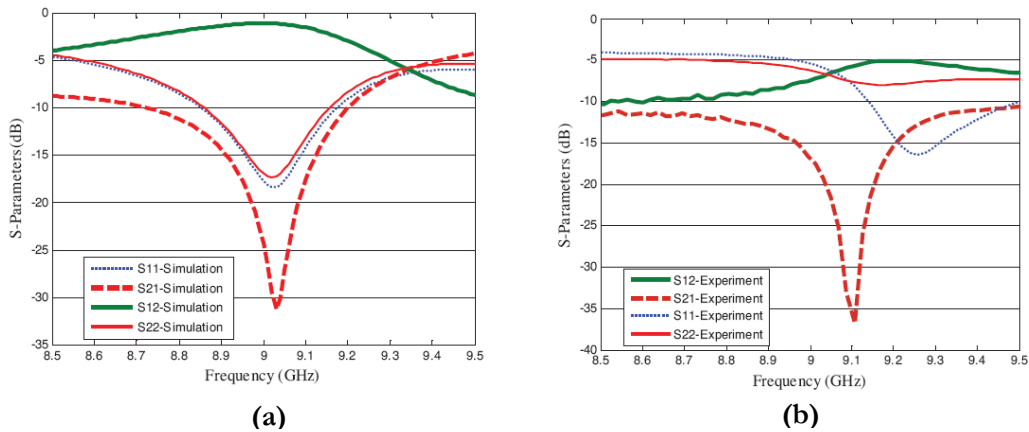
**Figure 1.13: Circulateur réalisé par E. Bénévent [20]**

O. Zahwe [21] a étudié la faisabilité de circulateurs coplanaires à base d'une couche mince de YIG fonctionnant autour de 10 GHz (cf. Figure 1.14). L'étude a été faite en utilisant des couches de YIG de plusieurs épaisseurs (de 1 mm à 16  $\mu\text{m}$ ). En effet, les couches de grandes épaisseurs étaient constituées de plaquettes commerciales rodées pour obtenir l'épaisseur voulue, alors que les couches minces de 10 à 16  $\mu\text{m}$  ont été déposées par pulvérisation cathodique RF.



**Figure 1.14: Circulateurs réalisés par O. Zahwe de dimensions respectives 12 x 12 mm<sup>2</sup> et 6 x 6 mm<sup>2</sup> [21]**

Après avoir optimisé les dimensions géométriques, les pertes minimales sont obtenues avec la réduction de la longueur des lignes d'accès. Elles devront être les plus courtes possibles. La structure a pris donc finalement des dimensions de l'ordre de 6 x 6 mm<sup>2</sup> (cf. Figure 1.14). Pour une couche magnétique de YIG d'épaisseur de 65  $\mu\text{m}$ , les pertes d'insertion sont de 5 dB à la fréquence 9.2 GHz. La réflexion et l'isolation sont de l'ordre de 16.24 dB et 36 dB respectivement (cf. Figure 1.15).



**Figure 1.15: Performances simulées (a) et mesurées (b) du circulateur réalisé par O. Zahwe avec une couche de YIG de 65 µm [22]**

#### **1.2.4 Circulateurs à la rémanence ou autopolarisés**

Les matériaux magnétiques utilisés dans ce type de circulateurs sont les matériaux magnétiques durs comme les hexaferrites. Ces matériaux durs ayant une forte rémanence peuvent être autopolarisés [23][24]. Ainsi, ces circulateurs qui diffèrent par leurs matériaux magnétiques, utilisent les structures déjà présentées (microruban, coplanaire...). De nombreux centres de recherche s'intéressent aux manières d'obtenir des matériaux autopolarisés à faible coût.

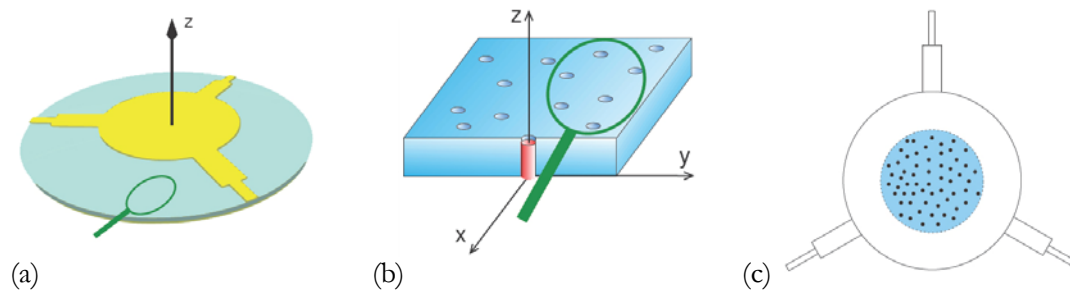
Ce type de matériau ferrite n'est soumis à un champ magnétique externe que lors de son élaboration, pour obtenir une orientation magnétique. Lorsque ce matériau est complètement orienté, il est dit saturé, sinon, il est partiellement aimanté ou à la rémanence. L'hexaferrite étant un matériau dur à forte rémanence, il a une forte anisotropie et est un bon candidat pour ce type d'application. Mais il a l'inconvénient de présenter de fortes pertes magnétiques.

Dans ce domaine, on essaie d'obtenir des couches magnétiques minces d'hexaferrite de baryum assurant la miniaturisation du composant. Parmi les techniques de fabrication de couches minces, on cite la pulvérisation cathodique RF, le dépôt par vaporisation plasma ou encore le dépôt par impulsion laser. Ces techniques, qui sont toujours en cours de développement, n'ont toujours pas donné les propriétés attendues de cristallisation ou d'orientation des moments magnétiques du matériau.

Devant ces limitations technologiques, les matériaux magnétiques composites semblent être une solution prometteuse. Ces matériaux ont l'aimantation des milieux ferrimagnétiques (en proportion volumique) et la faible conductivité des milieux diélectriques.

Ces dernières années, ce type de matériaux a intéressé et intéresse toujours un grand nombre de chercheurs. Le matériau magnétique composite est composé de plusieurs types de matériaux mélangés, en général, une matrice diélectrique isolante à l'intérieur de laquelle sont dispersés des particules ou des fils magnétiques ayant des tailles micro ou nanométriques.

J-F. ALLAIEYS [25] a proposé un modèle de ferrites chargés de nanofils métalliques et magnétiques. La conception et la réalisation d'un dispositif de mesure a permis de comparer les résultats obtenus avec différentes géométries des membranes chargées de nanofils. Toutefois, les performances de ces dispositifs sont toujours limitées par les pertes causées par les nanofils (cf. Figure 1.16).



**Figure 1.16: Circulateur à jonction Y dont le diélectrique est constitué d'une membrane chargée de nanofils métalliques magnétiques orientés (a) et (b). Circulateur à zone optimale de nanofils (c) [25]**

Un effet non-réciproque sous champ a pu être observé ce qui rend possible l'intégration d'un tel matériau dans des dispositifs auto-polarisés. Ils peuvent être optimisés de la même façon que les dispositifs à ferrite.

Le circulateur étudié dans cette thèse se situera dans cette famille de circulateurs, dont on détaillera ses différentes parties dans les chapitres qui suivent.

### 1.3 Autres dispositifs à ferrite

Les isolateurs, comme les circulateurs, constituent une grande classe de dispositifs hyperfréquences non réciproques passifs à ferrite. Ils permettent la propagation d'une onde électromagnétique dans un sens et son blocage dans l'autre sens de propagation. Ils sont employés dans les systèmes de télécommunication nécessitant un découplage d'étages d'amplificateurs, un découplage entre générateur et sa charge...etc. Des isolateurs à base de couches ferrimagnétiques ont été étudiés en microruban et en coplanaire. Au laboratoire LT2C, une structure de base de l'isolateur a été proposée en

utilisant une ligne coplanaire asymétrique ; cette asymétrie géométrique était nécessaire pour l'exploitation du phénomène de déplacement de champ [26].

Les ferrites sont également utilisés dans d'autres dispositifs hyperfréquences passifs comme les filtres accordables en fréquence, les circuits accordables en phase, ou encore les déphaseurs. Les déphaseurs à ferrites sont essentiellement employés dans les systèmes d'antennes à balayage, les systèmes Radar, etc...

## **1.4 Matériaux magnétiques**

Les dispositifs hyperfréquences contenant des matériaux magnétiques ont des propriétés spécifiques autour de la résonance gyromagnétique qui permet une propagation non-réciproque. L'onde électromagnétique qui se propage dans les dispositifs hyperfréquences ayant une structure appropriée, peut réagir fortement dans un sens de propagation avec le ferrite et pas dans l'autre ( $S_{12}$  : transmission  $\neq$   $S_{21}$  : isolation).

Généralement, les ferrites doux sont intégrés dans les circulateurs fonctionnant de 1 à 10 GHz. Ces ferrites à base de grenats et de spinelles, nécessitent l'application d'un champ magnétique extérieur pour assurer leur saturation et le fonctionnement dans la bande de fréquence utile. Ce champ extérieur est obtenu grâce à des aimants extérieurs encombrants.

Pour répondre aux besoins de miniaturisation, on peut utiliser les hexaferrites qui sont connus par leur forte anisotropie uniaxiale permettant d'atteindre des fréquences de résonance gyromagnétiques élevées, et par leur rémanence évitant l'application de champs externes.

Cette partie du chapitre est consacrée à la présentation des formes de magnétisme, des différents types de matériaux, leurs propriétés physiques et magnétiques choisis selon l'application. Les différents modèles donnés dans l'état de l'art permettent de décrire le comportement du matériau magnétique en hyperfréquence.

Le matériau magnétique peut être employé sous sa forme massive ou sous forme composite selon les applications. Dans un premier temps, nous avons abordé le cas général de la forme massive, ensuite dans les chapitres qui suivent, nous présenterons les particularités des nanoparticules magnétiques qui sont la base de notre matériau. En outre, nous exposons les différentes lois de mélanges pour introduire le modèle développé pour notre matériau composite.

### 1.4.1 Généralités

L'histoire des matériaux ferrite a commencé avec la magnétite,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , qui fut le premier matériau à être connu par l'homme, aussi appelée ferrite ferreux. La première mesure de son aimantation à saturation a été faite par Du Bois (1890), et par la suite, d'autres propriétés magnétiques comme la température de Curie et l'orientation des cristaux ont été examinés par de nombreux scientifiques : Weiss (1896), Beck (1908)...etc.

Le phénomène de résonance de spin ferromagnétique a été décrit par Landau et Lifshitz (1935) dans leur théorie de la dispersion de la perméabilité magnétique dans les métaux ferromagnétiques.

On considère à l'intérieur de l'atome, un électron qui tourne autour du noyau pour introduire la notion de moment orbital. La physique quantique a montré que cet électron possède aussi un moment magnétique de spin (cf. Figure 1.17). Le moment magnétique total de l'atome est la somme des moments orbitaux et des moments de spins de ses électrons périphériques.

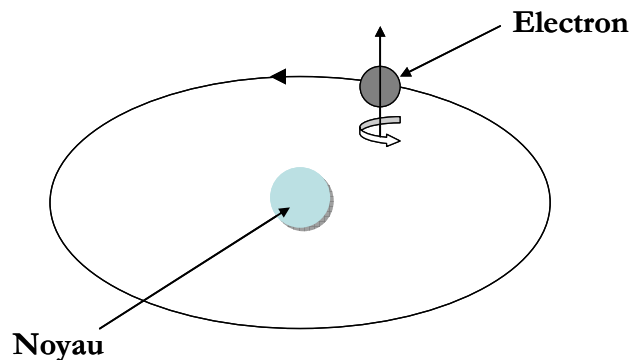


Figure 1.17: Mouvement de l'électron

Il est nécessaire de présenter les différentes relations décrivant le comportement du matériau magnétique sous l'effet d'un champ magnétique extérieur  $H$ .

L'induction magnétique  $\vec{B}$  est reliée au champ magnétique  $\vec{H}$  et à l'aimantation du matériau  $\vec{M}$  (réponse de la matière) par:

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) \quad (1.1)$$

avec  $\mu_0$  : la perméabilité magnétique du vide ( $4\pi 10^{-7} \text{ H/m}$ )

$\vec{M}$  est le vecteur aimantation qui représente la densité volumique de moments magnétiques dans la matière, qui exprime également l'arrangement moyen ou

l'organisation des moments à l'intérieur de la matière. Le corps est dit aimanté si  $\vec{M} \neq 0$ . Il s'écrit :

$$\vec{M} = \frac{d\vec{m}}{dV} = \frac{\sum \vec{m}}{V} \quad (1.2)$$

Par définition, un milieu magnétique placé sous un champ magnétique acquiert une aimantation  $\vec{M}$  telle que :

$$\vec{M} = \chi \vec{H} \quad (1.3)$$

Le terme  $\chi$  est la susceptibilité magnétique, qui quantifie, la faculté d'un matériau à s'aimanter sous l'action d'un champ magnétique.

L'induction magnétique devient :

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} (1 + \chi) \quad (1.4)$$

La perméabilité relative peut être exprimée à partir de cette susceptibilité.

$$\mu_r = 1 + \chi \quad (1.5)$$

La perméabilité magnétique devient

$$\mu = \mu_0 \mu_r \quad (1.6)$$

et

$$\vec{B} = \mu_0 \mu_r \vec{H} = \mu \vec{H} \quad (1.7)$$

Ces formules présentent la dépendance de l'aimantation au champ appliqué, qui est le cas le plus simple. Mais dans le cas le plus général, et quand on parle d'un matériau anisotrope, la relation entre excitation et aimantation est plus complexe, on parle de susceptibilité et perméabilité relatives tensorielles  $\overline{\mu}$  et  $\overline{\chi}$ .

Les unités internationales (S.I.) de chacun des termes présentés précédemment sont comme suit :

- L'ampère par mètre (A/m) pour le champ magnétique H et l'aimantation M,
- Le Tesla (T) pour l'induction magnétique B,
- L'ampère mètre carré (Am<sup>2</sup>) pour les moments magnétiques m.

A partir des valeurs de ce terme  $\chi$ , qui s'exprime sans unités, on peut distinguer les différentes formes de phénomènes d'aimantation dans les matériaux :

- Diamagnétisme :  $\chi < 0$ , de l'ordre de  $10^{-5}$
- Paramagnétisme :  $\chi > 0$ , très dispersé et inférieur à  $10^{-3}$
- Antiferromagnétisme :  $\chi$  faiblement positif
- Ferromagnétisme : il existe une aimantation spontanée ou rémanente très grande et  $\chi$  est très grand et varie avec H (relation non linéaire).
- Ferrimagnétisme : similaire au précédent, une aimantation non nulle résulte de l'alignement des moments magnétiques du matériau.

On détaillera brièvement ces classes de magnétisme dans le paragraphe suivant.

## **1.4.2 Formes de magnétisme**

### ***1.4.2.1 Diamagnétisme***

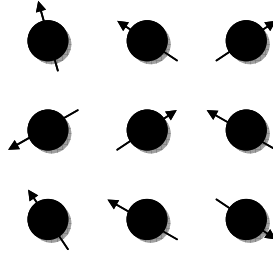
L'application d'un champ magnétique va entraîner, dans le cas du diamagnétisme, la création d'une aimantation induite qui a le sens opposé à celle du champ inducteur.

La susceptibilité due au diamagnétisme, pratiquement indépendante du champ et de la température, est négative et très faible ( $10^{-5}$ ). En fait, ce type de magnétisme existe partout dans les matériaux mais il est généralement masqué par les effets du paramagnétisme et ferromagnétisme lorsqu'ils coexistent avec lui.

### ***1.4.2.2 Paramagnétisme***

Le matériau par défaut, sans champ appliqué, possède des moments librement orientés, dans un état désordonné donnant une aimantation résultante nulle. Lorsque l'on applique un champ magnétique externe, ces moments vont s'aligner avec la direction du champ appliqué, et s'arranger dans une direction bien définie. Cette orientation est contrebalancée par l'agitation thermique qui disperse l'orientation de ces moments magnétiques. L'aimantation varie en fonction de la température ; elle devient faible quand la température augmente (cf. Figure 1.18).





**Figure 1.18: Paramagnétisme des atomes libres**

La susceptibilité initialement positive, décroît lorsque la température augmente. Elle est généralement entre  $10^{-3}$  et  $10^{-5}$  à la température ambiante. Dans le cas idéal, l'inverse de la susceptibilité initiale varie proportionnellement à la température. Cela est donné par la loi de Curie :

$$\chi = \frac{C}{T} \quad (1.8)$$

Ce phénomène a été expliqué par Langevin en utilisant la loi de Curie:

$$M = C \cdot \frac{B}{T} \quad (1.9)$$

avec M : l'aimantation, B : induction magnétique appliqué (en Tesla), T : température absolue (en Kelvins), et C la constante de Curie donnée par :

$$C = \frac{N\mu^2}{k_B} \quad (1.10)$$

où N est le nombre de moments magnétiques,  $\mu$  est un moment magnétique individuel, et  $k_B$  est la constante de Boltzmann.

### 1.4.2.3 Antiferromagnétisme

Cette classe est représentée, dans le cas le plus simple, par deux sous-réseaux de moments magnétiques orientés de directions antiparallèles (cf. Figure 1.19). Sans champ appliqué, ces moments ont des directions opposées, ce qui rend l'aimantation totale nulle et la susceptibilité faiblement positive. Cet arrangement antiparallèle des moments individuels est dû aux interactions entre atomes voisins, appelées interactions d'échange négatives, orientant antiparallèlement les moments de ces atomes.

Quand la température devient inférieure à une température dite de Néel, la susceptibilité diminue, car l'agitation thermique diminue. A haute température, cette agitation thermique augmente, et le comportement devient similaire à celui du paramagnétisme.

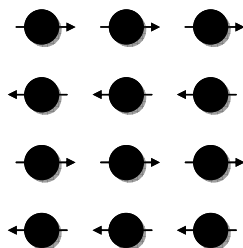


Figure 1.19: Antiferromagnétisme - Réseau de spins

#### 1.4.2.4 Ferromagnétisme

Contrairement à l'antiferromagnétisme, les interactions d'échange entre les atomes d'un matériau ferromagnétique encouragent l'orientation des moments de ces atomes d'une façon parallèle. Cette interaction crée un alignement des moments magnétiques dans des régions localisées appelées domaines et une aimantation spontanée ( $M_s$ ) apparaît en l'absence de champs magnétiques extérieurs appliqués (cf. Figure 1.20). La susceptibilité devient très grande à une température inférieure à la température de Curie  $T_C$ . Il est à noter que les corps ferromagnétiques perdent leurs propriétés caractéristiques et deviennent paramagnétiques au-delà de cette température (loi de Curie-Weiss).

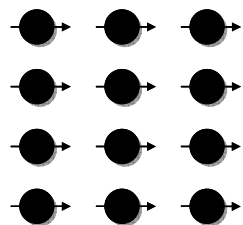
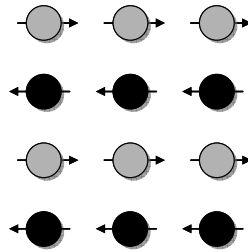


Figure 1.20: Ferromagnétisme - Réseau de spin

L'aimantation atteint à température nulle sa valeur maximale,  $M_s$ , correspondant au parallélisme de tous les moments individuels.

#### 1.4.2.5 Ferrimagnétisme

Un corps ferrimagnétique est un cas particulier de corps antiferromagnétique. Les interactions d'échange favorisent un alignement parallèle dans un sous-réseau. L'orientation des moments magnétiques dans deux sous-réseaux se fait suivant deux directions antiparallèles. Mais ces deux sous-réseaux de nature différente sont déséquilibrés, donnant une aimantation totale non nulle (cf. Figure 1.21). En-dessous de la température de Curie, l'un des sous-réseaux est prépondérant devant l'autre et le comportement global est très proche du ferromagnétisme. Au-dessus de la température de Curie, on a également un comportement paramagnétique.



**Figure 1.21: Ferrimagnétisme - Réseau de spin**

Les ferrites, qui font partie des matériaux ferrimagnétiques, sont utilisés en électronique haute fréquence en raison de leur forte résistivité, comprise entre  $10^5$  et  $10^6 \Omega.m$ , ce qui permet aux signaux hautes fréquences de s'y propager. On détaillera les différentes catégories de ces matériaux dans le paragraphe suivant.

### **1.4.3 Les Ferrites**

Les ferrites utilisés en hautes fréquences, ont une résistivité élevée, des pertes diélectriques très faibles ( $\tan\delta \approx 10^{-3}, 10^{-4}$ ) et une constante diélectrique comprise entre 11 et 17. Ils sont subdivisés en trois familles principales selon leur structure cristallographique.

La première famille est celle des ferrites de structure spinelle, se cristallisant selon un réseau cubique à faces centrées. Ce sont des ferrites doux utilisés dans les inductances et les transformateurs.

La deuxième famille concerne les grenats, qui sont aussi des ferrites doux mais dont l'usage se situe dans des bandes de fréquences 0.1 - 10 GHz.

La dernière famille, celle qui nous intéresse ici, est celle des ferrites hexagonaux, ou encore appelés hexaferrites, par exemple l'hexaferrite de Baryum  $BaFe_{12}O_{19}$ . Ces ferrites sont utilisés dans les dispositifs fonctionnant à une fréquence élevée et ont un champ interne d'anisotropie magnétocristalline élevé.

#### **1.4.3.1 Les spinelles ferrimagnétiques**

Les spinelles sont parmi des oxydes minéraux les plus importants et représentent une source de métaux pour l'industrie extractive. Les ferrites à structure cristalline spinelle sont principalement employés dans la bande de fréquence 3 – 30 GHz. Ils ont une formule générale qui s'écrit :  $X^{2+}(Y^{3+})_2(O^{2-})_4$ , et une structure cristalline cubique.

La pierre d'aimant, ou magnétite, est un spinelle magnétique naturel le plus abondant. En pratique, les spinelles doux employés dans les composants inductifs, sont des matériaux synthétisés, en d'autres termes, ils sont dérivés de la magnétite par la substitution d'atomes de fer par des atomes d'autres éléments (Ni, Mn, Zn, Mg, Li, etc.) [27].

Les propriétés magnétiques comme la perméabilité, sont sensibles à la composition chimique, la stœchiométrie en oxygène, aux recuits, ainsi qu'à l'influence de la microstructure de la céramique. On peut citer deux familles, les plus importantes, les ferrites mixtes de nickel-zinc (Ni-Zn) ayant une très grande perméabilité et de manganèse-zinc (Mn-Zn) se caractérisant par une perméabilité plus modérée.

#### ***1.4.3.2 Les grenats ferrimagnétiques***

La structure grenat est cubique, de la forme  $R_3Fe_5O_{12}$ , où R désigne une terre rare. Le plus courant est le grenat de fer et d'yttrium  $Y_3Fe_5O_{12}$ , connu sous le nom YIG (Yttrium Iron Garnet). Les grenats possèdent une faible aimantation à saturation, limitant leur utilisation entre 30 MHz et 9 GHz, et une faible température de Curie. Ils présentent également de faibles pertes magnétiques ( $\Delta H$  et  $\Delta H_{eff}$ ).

On emploie ce type de ferrites dans des applications comme les filtres et les oscillateurs, ainsi que dans des applications hyperfréquences, dans les dispositifs non réciproques comme le résonateur à YIG et les circulateurs.

#### ***1.4.3.3 Les hexagonaux ferrimagnétiques***

Encore appelés les hexaferrites, ils cristallisent dans le système hexagonal et sont classés en quatre familles structurales : la structure M (type magnétoplombite), la structure W, la structure Y (type ferroxplana) et la structure Z. Les matériaux de structure M possèdent une caractéristique principale qui est d'être « durs », avec une forte anisotropie magnétique axiale pouvant atteindre 2800 kA/m, équivalente à 100 à 1000 fois celle des spinelles et grenats. Les matériaux de structures Z, W et Y, présentant une anisotropie planaire, sont des matériaux doux, permettant de bénéficier d'une perméabilité élevée dans la gamme des UHF.

La forte valeur de l'anisotropie permet leur emploi pour la réalisation des dispositifs millimétriques, de 30 GHz à 100 GHz environ. Ceci les rend intéressants pour la réalisation des dispositifs miniaturisés qui ne requièrent pas de polarisations externes.

Ces matériaux ont une aimantation à saturation avoisinant 400 kA/m, une largeur de raie de gyrorésonance ( $\Delta H$ ) supérieure à 4 kA/m et une température de Curie de 450°C.

Seuls les hexaferrites uniaxiaux (axe facile c), dont un composé intéressant pour notre travail est l'hexaferrite de baryum  $BaFe_{12}O_{19}$ , ont jusqu'à présent donné lieu à des applications industrielles [27].

### 1.4.4 Propriétés

#### 1.4.4.1 Résonance gyromagnétique

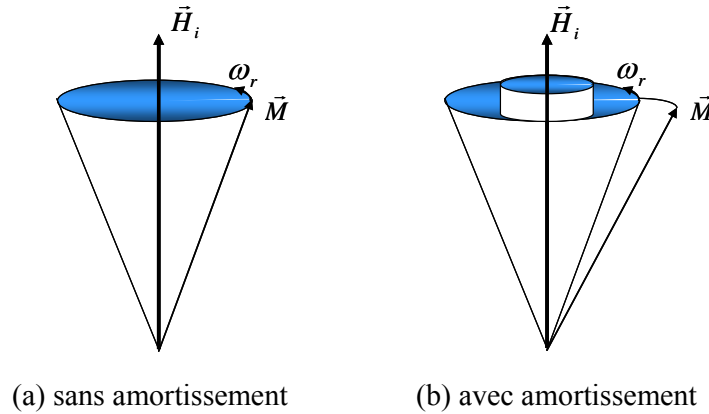
Les moments magnétiques du matériau possèdent une fréquence propre de précession appelée fréquence de Larmor. La résonance gyromagnétique se produit quand le champ exciteur possède une fréquence égale à la fréquence de Larmor.

$$\omega_r = \omega_0 = \gamma\mu_0 H_i \quad (1.11)$$

avec  $H_i$  : le champ interne selon une direction  $z$ , et  $\gamma$  : le rapport gyromagnétique qui correspond au rapport entre les moments magnétique et cinétique de spin, avec  $\mu_0\gamma = 2\pi \times 28\text{GHz}/T$ .

Cela s'explique par une rotation de l'aimantation autour du champ  $H_i$ . Un facteur d'amortissement  $\alpha$  intervient quand l'interaction entre les moments de spins n'est pas négligeable et le mouvement de précession est amorti entraînant l'alignement de l'aimantation sur le champ interne.

$$\omega_r = \omega_0 + j\alpha\omega \quad (1.12)$$



**Figure 1.22: Mouvement de précession du moment magnétique**

Pour un milieu magnétique de dimensions définies polarisé selon l'axe  $Oz$ , cette fréquence  $f_r$  est donnée par la formule de Kittel [28] :

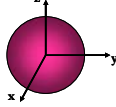
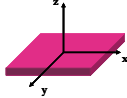
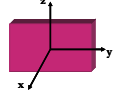
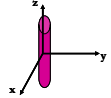
$$\omega_r = 2\pi f_r = \gamma\mu_0 \sqrt{[H_0 - (N_z - N_x)M_s][H_0 - (N_z - N_y)M_s]} \quad (1.13)$$

où  $\gamma$  est le facteur gyromagnétique,

$M_s$  est l'aimantation à saturation du matériau,

$H_0$  est la valeur du champ externe appliqué,

$N_x, N_y, N_z$  sont les facteurs démagnétisants dépendants de la forme de l'échantillon.

	$N_x$	$N_y$	$N_z$	Forme
<b>Echantillon sphérique</b>	1/3	1/3	1/3	
<b>Plaquette infinie suivant x et y</b>	0	0	1	
<b>Plaquette infinie suivant y et z</b>	1	0	0	
<b>Cylindre infini suivant z</b>	1/2	1/2	0	

**Tableau 1.1 : Facteurs de formes**

Le champ à l'intérieur d'un matériau magnétique ayant des dimensions finies est différent du champ externe appliqué  $H_0$  et s'écrit :

$$\vec{H}_i = \vec{H}_0 - \overline{\overline{N}}\vec{M} \quad (1.14)$$

$\overline{\overline{N}}$  est le tenseur démagnétisant (cf. Tableau 1.1).

#### **1.4.4.2 Phénomène de non-réciprocité**

Lorsqu'une onde se propage dans un matériau ferrite, son comportement dépend de l'état d'aimantation de ce matériau magnétique. La non-réciprocité des dispositifs est basée sur plusieurs effets :

- Résonance gyromagnétique :

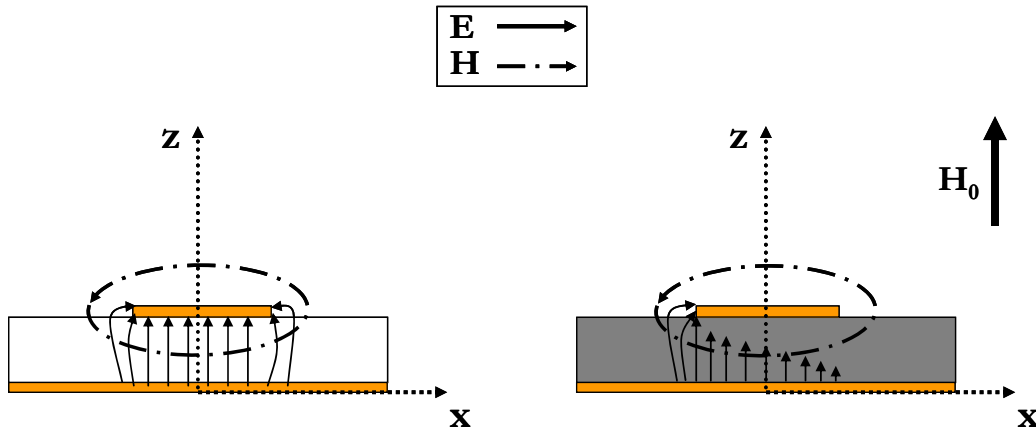
Lorsque l'onde électromagnétique se propage dans le milieu magnétique aimanté, elle se décompose en une onde de polarisation circulaire ou elliptique gauche et une onde de polarisation circulaire ou elliptique droite. Quand cette polarisation est de même sens que la précession gyromagnétique, elle entre en forte interaction avec le ferrite. De l'autre côté de la structure, le champ magnétique tournant dans le sens inverse de la précession gyromagnétique engendre une faible interaction avec le matériau.

- Effet Faraday :

Cet effet correspond à la rotation non réciproque de la polarisation de l'onde (cf. paragraphe 1.2.1).

- Phénomène de déplacement de champ :

Lorsque le matériau magnétique est polarisé, la distribution des champs micro-ondes transverses à la direction de propagation de l'onde électromagnétique dans le ferrite est modifiée. Cela provoque une concentration plus ou moins importante de l'énergie sur un côté du matériau. Ce phénomène est utilisé généralement en dehors de la bande de résonance gyromagnétique. Cela est aussi observable pour une ligne en technologie microruban, quand le dispositif est aimanté verticalement (cf. Figure 1.23). Le matériau magnétique anisotrope rend la structure non symétrique et est le siège du phénomène de déplacement de champ.



**Figure 1.23 : Configuration électromagnétique : (a) Réciprocité : ligne sur un substrat diélectrique, (b) ligne avec une couche de ferrite aimantée**

#### 1.4.4.3 Anisotropies magnétiques

L'anisotropie magnétique peut s'exprimer par la dépendance de l'énergie magnétique du système vis-à-vis de la direction de son aimantation par rapport à l'échantillon. Il s'agit alors d'un couplage entre l'aimantation et les axes cristallographiques du système.

Il existe principalement deux sources d'anisotropie magnétique, c'est-à-dire deux types d'énergie qui introduisent un couplage entre l'aimantation du matériau et ses axes cristallographiques. La première est l'interaction dipolaire entre les moments atomiques qui est fonction de la direction et de la distance des deux spins en interaction. La seconde est l'interaction spin-orbite qui couple le moment de spin à son

moment orbital. (Le moment orbital est lié au réseau cristallographique par la présence du champ électrostatique cristallin).

On définit des constantes d'anisotropie  $K_i$  comme les coefficients du développement selon le cosinus directeur des angles entre l'aimantation et les axes du repère. La valeur absolue de ces coefficients diminue fortement lorsque l'ordre augmente et on ne tient compte en général que du premier  $K_1$ , parfois du second  $K_2$ . Cette grandeur, exprimée en  $\text{Jm}^{-3}$ , peut avoir des valeurs positives ou négatives, qui peuvent aller de quelques dizaines de  $\text{Jm}^{-3}$  dans les matériaux très doux à  $10^7$ - $10^8 \text{Jm}^{-3}$  dans certains alliages de terres rares [29].

Les couches minces présentent, en général, des phénomènes d'anisotropie importants car leur géométrie favorise une orientation de l'aimantation dans le plan de l'échantillon.

#### **1.4.4.3.1 Anisotropie magnétocristalline**

Cette anisotropie résulte de l'interaction spin-orbite [27]. L'aimantation d'un matériau cristallisé s'oriente préférentiellement suivant une ou des directions précises appelées axes de facile aimantation. Il s'agit d'une « anisotropie magnétocristalline ». Si l'aimantation magnétique  $\vec{M}$  est orientée dans une direction différente de facile aimantation, elle possède une certaine énergie potentielle dépendant de l'angle de l'aimantation avec les directions de l'axe de facile aimantation. Cette énergie est minimale lorsque l'aimantation est orientée suivant l'axe de facile aimantation. Dans le cas d'une symétrie hexagonale, l'axe facile est l'axe [001] appelé axe c.

#### **1.4.4.3.2 Anisotropie de forme**

Le cas de l'ellipsoïde de révolution aplati est le plus simple. Le champ démagnétisant  $H_d$  tend à maintenir l'aimantation suivant le grand axe de l'ellipsoïde. Ce champ démagnétisant est lié aux facteurs démagnétisants décrits dans le Tableau 1.1. Par exemple, le coefficient de champ démagnétisant perpendiculairement au plan d'une couche magnétique est 1, alors qu'il est nul lorsque l'aimantation demeure dans le plan de la couche. Pour une couche mince magnétique,  $E_d = -\frac{\mu_0}{2V} \int M \cdot H_d dv$  représente l'énergie d'anisotropie de forme par unité de volume [27].

#### **1.4.4.4 Domaines de Weiss / Parois de Bloch**

Les domaines de Weiss, du nom du physicien Pierre Weiss, sont des petits domaines d'un matériau ferromagnétique ayant une aimantation homogène, dans lesquels les spins sont orientés dans une direction donnée.



Ces domaines sont séparés par des parois de Bloch à l'intérieur desquelles les orientations de spin tournent progressivement, et crée la discontinuité d'orientation magnétique d'un domaine à l'autre (cf. Figure 1.24). La taille et le nombre des domaines de Weiss à l'intérieur d'un échantillon sont donnés par un équilibre énergétique entre :

- L'énergie d'anisotropie qui dépend des spins à l'intérieur des parois lorsqu'ils ne sont plus orientés selon les directions cristallographiques d'aimantation facile. Cette énergie augmente avec l'épaisseur de la paroi.
- L'énergie d'échange entre les domaines Weiss, due aux directions d'aimantation différentes entre deux domaines adjacents, qui diminue avec l'épaisseur de la paroi.

Les domaines de Weiss croissent et décroissent de manière réversible ou irréversible par déplacement des parois de Bloch sous l'influence d'un champ magnétique extérieur. En saturant le matériau dans un sens puis en sens inverse on obtient le cycle d'hystérésis détaillé au paragraphe suivant.

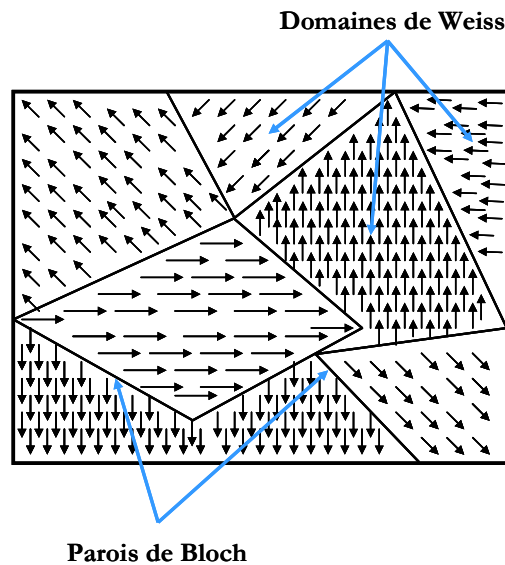


Figure 1.24 : Répartition des domaines dans un cristal

#### 1.4.4.5 Courbe d'aimantation (cycle d'hystérésis)

Le mot hystérésis désigne «délai» en grec. Deux courbes distinctes  $M(H)$  sont obtenues (ascendante et descendante) représentant la réponse magnétique d'un matériau à un champ appliqué (cf. Figure 1.25). Cette réponse dépend de la structure cristalline du matériau ainsi que de la direction et de l'intensité du champ appliqué. Les principaux caractéristiques du cycle d'hystérésis sont :

- L'aimantation à saturation  $M_s$  : quand tous les moments magnétiques sont alignés suivant une même direction.
- L'aimantation à la rémanence  $M_r$  : est l'aimantation quand le champ  $H=0$ .
- Le champ coercitif  $H_c$  où l'aimantation  $M=0$ .

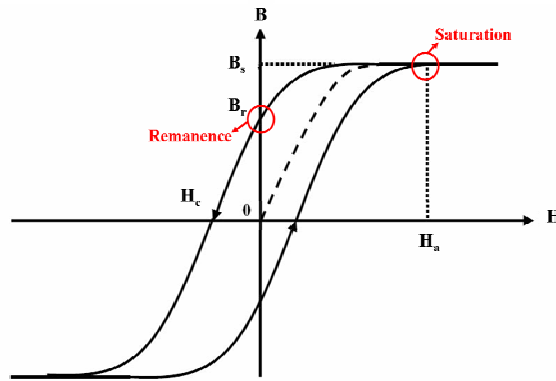


Figure 1.25 : Cycle d'hystérésis

Ce cycle est non-linéaire et la réponse  $M$  est décalée par rapport à l'entrée  $H$ . Le délai entrée-sortie est proportionnel à la largeur du cycle. Le rapport  $M_r/M_s$  est proche de 1 quand le champ magnétique appliqué est selon la direction d'un axe facile et le cycle d'hystérésis a dans ce cas une forme de carré.

En absence de toute commande extérieure, le matériau est sous sa forme désorganisée résultant d'une aimantation nulle ou rémanente. La variation de cette aimantation s'explique par le fait que les domaines de Weiss croissent ou décroissent en fonction du champ extérieur appliqué. Ce champ appliqué agit sur les moments magnétiques de chaque domaine entraînant leur écartement de leur position initiale afin de s'aligner avec la direction de la polarisation (cf. Figure 1.26).

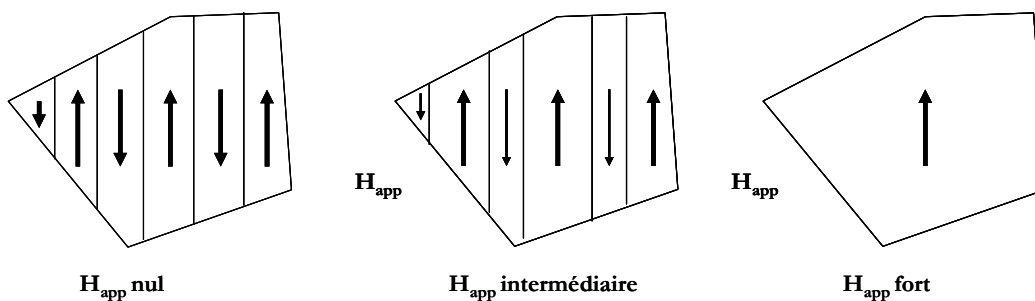


Figure 1.26 : Mécanisme de déplacement de parois de Bloch

La croissance/décroissance des domaines de Weiss se fait par l'un des mécanismes suivants : le déplacement des parois et la rotation des moments magnétiques. Les moments magnétiques dans un matériau ferrite sont orientés suivant deux directions antiparallèles, dans le même sens du champ extérieur ou dans le sens contraire. Un domaine ayant des moments magnétiques orientés dans le même sens du champ va grossir au détriment du domaine voisin orienté dans le sens contraire, par déplacement des parois qui sépare ces deux domaines. Pour le deuxième mécanisme (la rotation), le champ est appliqué dans une direction différente des moments antiparallèles des domaines, en conséquence, ces moments vont basculer pour prendre la direction du champ appliqué (cf. Figure 1.27). L'orientation d'un matériau ferrimagnétique est liée à l'intensité et à la direction du champ appliqué.

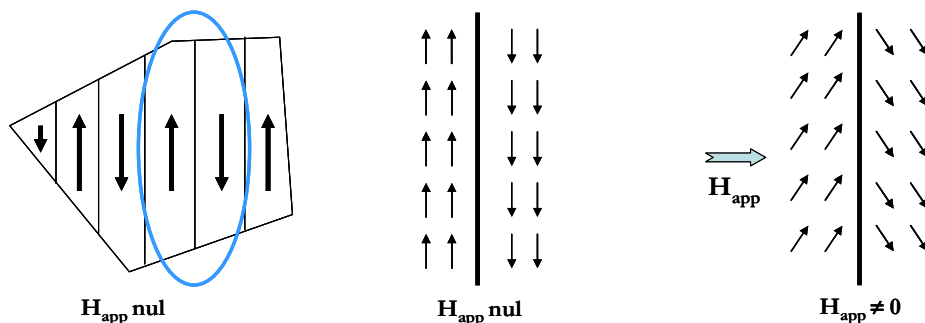


Figure 1.27: Rotation des moments magnétiques sous l'effet du champ

## 1.4.5 Élaboration des ferrites

### 1.4.5.1 Ferrites massifs

Dans cette partie, nous décrivons de façon succincte le processus d'élaboration des ferrites massifs polycristallins largement connus et utilisés. Ceci repose sur quatre étapes principales :

- la synthèse de la poudre magnétique
- la mise en forme
- le frittage
- l'usinage de l'échantillon

Les produits de base nécessaires, comme les oxydes ou carbonates de pureté égale au moins égale à 99%, sont pesés et mélangés à l'aide de broyeurs, dans de l'eau généralement, pendant une durée donnée pour obtenir l'homogénéité recherchée. Le mélange est ensuite séché et calciné entre 700 et 1200°C suivant le ferrite. La poudre résultante est à nouveau broyée, ensuite une phase de granulation est effectuée. Un liant

organique dissout dans l'eau est alors introduit à la poudre. Après évaporation de l'eau, la poudre granulée est triée pour avoir une taille de grain maximale.

Ensuite, ces grains sont compactés dans un moule en acier, suivant une forme (tore, plaquette, etc.) et dimensions choisies. Une presse assure une pression uniaxiale à froid pouvant atteindre 150 MPa et garantit le compactage de la poudre. Le chauffage ou frittage du produit obtenu se fait à hautes températures et permet la réduction de la porosité intergranulaire et sa densification. Par exemple, la température de frittage des grenats au Ca est d'environ 1400°C, celle du ferrite de Nickel est d'environ 1250°C et celle du ferrite de Lithium est autour de 1000°C.

L'échantillon de matériau peut être usiné pour aboutir aux dimensions désirées (quelques mm<sup>3</sup>). L'échantillon obtenu est dur, dense et a un caractère fortement « cassant ». Il est formé de grains magnétiques avec un diamètre moyen entre 5 et 30 µm. Les comportements ainsi que les performances de l'échantillon sont directement influencés par les conditions de réalisation et la taille des grains.

#### **1.4.5.2 Couches minces**

Plusieurs techniques d'élaboration de couches minces de ferrites ont été étudiées. Chaque technique a ses propres étapes et caractéristiques (la vitesse de dépôt par exemple), donnant lieu à des couches minces aux propriétés différentes : épaisseur, qualité d'adhérence, densité...etc. Une fois déposée, la couche mince de ferrite doit subir une étape de recuit de cristallisation pour recouvrer ses propriétés magnétiques. Comme pour les ferrites massifs, les propriétés chimiques, cristallographiques et magnétiques des couches de ferrites sont liées aux conditions expérimentales de la technique du dépôt (température, pressions...etc.).

- Évaporation par faisceau d'électrons : un faisceau d'électron à haute énergie est dirigé vers le matériau massif cible. L'énergie des électrons convertie en chaleur fait fondre, évaporer et condenser le matériau cible sur un substrat disposé en vis-à-vis. Cette technique permet le dépôt d'une couche de plusieurs dizaines de micromètres d'épaisseur.

- Ablation laser : cette technique est similaire à la précédente, le faisceau d'électrons est remplacé par un faisceau laser. Mais elle nécessite une durée plus longue et a un coût certain.

- Dépôt chimique : dans cette technique des précurseurs et du solvant sont vaporisés et un flux gazeux les transporte dans la zone de réaction où le dépôt chimique a lieu sur un substrat chauffé. Cette technique ne nécessite pas de recuit post-dépôt et elle fournit des dépôts de plusieurs micromètres par heure.

- Pulvérisation Cathodique radiofréquence : on utilise une enceinte sous vide à l'intérieur de laquelle une cible de matériau magnétique est bombardée par des ions d'argon et les atomes arrachés viennent se déposer sur le substrat. Une tension électrique radiofréquence est appliquée sur la cible créant le plasma. Ainsi une couche de ferrite se forme sur le substrat placé sur l'électrode située en face de la cible. Le recuit de cristallisation des couches se fait à 800°C.

#### 1.4.6 Modèles de ferrites

De nombreuses théories ont été développées pour prévoir l'évolution du tenseur de perméabilité en fonction de la fréquence suivant l'état d'aimantation du ferrite. Globalement on distingue trois états magnétiques : l'état désaimanté ou l'état initial, l'état saturé et l'état partiellement aimanté qui regroupe une infinité d'états compris entre l'état initial et la saturation.

La susceptibilité  $\chi$  devient tensorielle dans l'équation  $\vec{M} = \overline{\chi} \vec{H}$ , un champ hyperfréquence  $\vec{h}$  de faible valeur vient s'ajouter au champ magnétique statique de polarisation  $\vec{H}$  (choisi selon Oz). Le champ magnétique total et l'aimantation deviennent :

$$\vec{H}_t = H_{st} \vec{u}_z + \vec{h}(t) \text{ et } \vec{M}_t = M_{st} \vec{u}_z + m(t) \quad (1.15)$$

De ce fait, la perméabilité étant  $\mu = 1 + \chi$  est aussi tensorielle donc il s'agit de calculer les termes diagonaux  $\mu$  et non diagonaux  $\kappa$ .

$$\overline{\mu} = \mu_0 \begin{bmatrix} \mu & -j\kappa & 0 \\ j\kappa & \mu & 0 \\ 0 & 0 & \mu \end{bmatrix} \quad (1.16)$$

Dans les ferrites, la dispersion de la perméabilité en fréquence est déterminée par l'équation de Landau-Lifshitz-Gilbert :

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = -\vec{M} \times \left( \gamma \vec{H} - \frac{\alpha}{M_s} \times \frac{dM}{dt} \right) \quad (1.17)$$

$\alpha$  est le paramètre d'amortissement,  $M_s$  est l'aimantation à saturation,  $\gamma = 2\pi \times 28 \text{GHz} / kOe$  est le facteur gyromagnétique et H est le champ magnétique interne auquel le moment magnétique M est exposé.

### 1.4.6.1 État désaimanté : Modèle de Schlömann

Schlömann a développé une théorie basée sur une approximation magnétostatique, qui tient compte des interactions entre les domaines ayant des aimantations opposées. Dans un état complètement désaimanté, une valeur moyenne des trois composantes diagonales du tenseur de perméabilité donne une valeur précise de la perméabilité isotrope [30].

$$\mu = \frac{2}{3} \left[ \frac{(\omega/\gamma)^2 - (H_a + 4\pi M_s)^2}{(\omega/\gamma)^2 - H_a^2} \right]^{1/2} + \frac{1}{3} \quad (1.18)$$

où  $\omega$  est la fréquence,  $H_a$  est le champ d'anisotropie, et  $M_s$  est l'aimantation à saturation.

La perméabilité moyenne d'une orientation aléatoire peut être obtenue approximativement par la perméabilité moyenne applicable dans les trois directions principales.

Schlömann a considéré que le champ appliqué est complètement compensé par les champs démagnétisants statiques. Dans l'équation (1.18) le champ qui apparaît est le champ d'anisotropie qui est le même que le champ interne du matériau.

### 1.4.6.2 État saturé : Modèle de Polder

Lorsque le champ appliqué au matériau magnétique est suffisamment fort pour vaincre les contraintes internes, la structure en domaines disparaît et les moments magnétiques sont tous alignés. Le matériau magnétique est dit saturé. En conséquence, le mouvement du vecteur d'aimantation conduit au tenseur de perméabilité de Polder [31] si le mouvement de précession est uniforme.

$$\underline{\underline{\mu}} = \mu_0 \begin{bmatrix} \mu & -j\kappa & 0 \\ j\kappa & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (1.19)$$

avec

$$\mu = 1 + \frac{\omega_m \omega_0}{\omega_0^2 - \omega^2} \quad \text{et} \quad \kappa = \frac{\omega_m \omega}{\omega_0^2 - \omega^2} \quad (1.20)$$

L'introduction du facteur d'amortissement permet de tenir compte des pertes magnétiques :  $\omega_0 = \gamma\mu_0 H_i + j\omega\alpha$  et  $\omega_m = \gamma\mu_0 M_s$

Les éléments du tenseur de Polder sont complexes :

$$\mu = \mu' - j\mu'' \text{ et } \kappa = \kappa' - j\kappa'' \quad (1.21)$$

avec

$$\mu' = 1 + \frac{\omega_0 \omega_m (\omega_0^2 - \omega^2 (1 - \alpha^2))}{(\omega_0^2 - \omega^2 (1 + \alpha^2))^2 + 4\alpha^2 \omega^2 \omega_0^2} \quad (1.22)$$

$$\mu'' = \frac{\alpha \omega \omega_m (\omega_0^2 + \omega^2 (1 + \alpha^2))}{(\omega_0^2 - \omega^2 (1 + \alpha^2))^2 + 4\alpha^2 \omega^2 \omega_0^2} \quad (1.23)$$

$$\kappa' = \frac{\omega \omega_m (\omega_0^2 - \omega^2 (1 + \alpha^2))}{(\omega_0^2 - \omega^2 (1 + \alpha^2))^2 + 4\alpha^2 \omega^2 \omega_0^2} \quad (1.24)$$

$$\kappa'' = \frac{2\alpha \omega^2 \omega_m \omega_0}{(\omega_0^2 - \omega^2 (1 + \alpha^2))^2 + 4\alpha^2 \omega^2 \omega_0^2} \quad (1.25)$$

Ces éléments du tenseur de Polder peuvent être présentés soit en fonction de la fréquence pour un champ interne donné, soit en fonction du champ interne pour une fréquence donnée (cf. Figure 1.28). La largeur de résonance  $\Delta H$  est la largeur à mi-hauteur de la représentation de la partie imaginaire  $\mu''$  en fonction du champ magnétique statique de polarisation au voisinage de la résonance. Elle est liée au facteur d'amortissement par :

$$\Delta H = \frac{2\alpha\omega}{\mu_0\gamma} \quad (1.26)$$

Ce modèle s'applique aussi sur une particule monodomaine ayant un champ interne constant sans un champ externe appliqué.

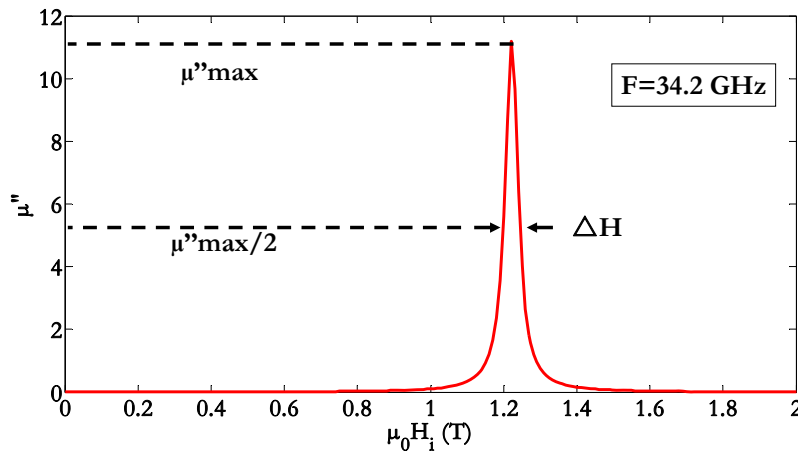


Figure 1.28: Définition de la largeur de résonance à mi-hauteur

La saturation d'un matériau magnétique étant un cas particulier et ne pouvant pas être toujours atteinte, d'autres modèles étaient nécessaires pour représenter les différentes configurations possibles pour les domaines magnétiques résultant un état partiellement aimanté.

### 1.4.6.3 État partiellement aimanté

#### 1.4.6.3.1 Modèle de Rado

La situation est plus difficile quand le matériau est partiellement aimanté. Cela est dû à la complexité de la configuration des domaines magnétiques (orientation, forme, volume...etc.), la difficulté est d'évaluer le champ interne dans chaque domaine et les interactions entre les différents domaines.

La première théorie, présentée par Rado [32], consiste à faire une moyenne spatiale des réponses produites par tous les domaines dans le ferrite. Pour des fréquences au delà de la fréquence de gyrorésonance, Rado a développé une théorie qui fournit une bonne approximation des termes extra-diagonaux  $\kappa$ , mais des valeurs imprécises des termes diagonaux  $\mu$ . Malheureusement, cette théorie n'a pas pris en compte les interactions entre les domaines adjacents. Les résultats obtenus par Rado sont :

$$\mu = \mu_z = 1 \text{ et } \kappa = -\frac{\omega_m M}{\omega M_s} \quad (1.27)$$

avec  $\omega_m = \gamma M_s$ . Il a supposé que le champ interne aux domaines est égal au champ d'anisotropie magnétocristalline ( $H_a$ ) et que la fréquence de travail est très supérieure aux fréquences de résonance gyromagnétiques  $\omega \gg \gamma H_a$ .

#### 1.4.6.3.2 Modèle de Green et Sandy

En utilisant des cellules de caractérisation expérimentale, Green et Sandy [33] ont mesuré toutes les composantes tensorielles en fonction de l'état d'aimantation du ferrite. Ils ont déduit des formes empiriques des termes diagonaux ( $\mu'$  et  $\mu_z'$ ) compatibles avec la formule de Schlömann à l'état désaimanté.

Pour un matériau aimanté à saturation dans la direction z, le tenseur de Green a la forme suivante :

$$[\mu] = \begin{bmatrix} \mu & -j\kappa & 0 \\ j\kappa & \mu & 0 \\ 0 & 0 & \mu_z \end{bmatrix} \quad (1.28)$$



avec

$$\begin{aligned}\mu &= \mu' - j\mu'' \\ \kappa &= \kappa' - j\kappa'' \\ \mu_z &= \mu_z' - j\mu_z''\end{aligned}\quad (1.29)$$

À la saturation  $\mu_z = 1$ . Les expressions de  $\mu'$  et  $\mu_z'$  sont données par :

$$\mu' = \mu_d' + (1 - \mu_d') \left( \frac{M}{M_s} \right)^{3/2} \quad (1.30)$$

$$\mu_z' = \mu_d' \left( 1 - \frac{M}{M_s} \right)^{5/2} \quad (1.31)$$

où  $\mu_d'$  est le terme donné pour l'état complètement démagnétisé calculé par Schlömann dans l'expression (1.18). La valeur de  $\kappa'$  mesurée est conforme à celle proposée par G.T. Rado. Les termes imaginaires de la perméabilité ne sont pas donnés dans les relations empiriques. Ces expressions ne sont valables que pour les fréquences très supérieures aux fréquences de résonance et ne convergent pas avec le modèle de Polder quand le matériau est saturé.

#### 1.4.6.3.3 Modèle de Igarashi et Naito

Dans leur premier papier, Igarashi et Naito [34] ont présenté une formule du terme diagonal transversal dans un état partiellement aimanté. Dans un autre papier [35], ils ont donné une expression du terme diagonal longitudinal  $\mu_z$  par la même approche utilisée par Rado.

$$\mu_z = \frac{2}{3} \left[ \sqrt{\mu^2 - \kappa^2} (1 - \langle \theta \rangle^2) + \mu \langle \theta \rangle^2 \right] + \frac{1}{3} \mu_z = 1 + (\mu - 1) \left[ 1 - \left( \frac{M}{M_s} \right)^2 \right] \quad (1.32)$$

avec

$$\begin{aligned}\mu &= 1 + \frac{\omega_m (\omega_e + j\alpha\omega)}{(\omega_e + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} \\ \kappa &= -\frac{\omega_m \omega}{(\omega_e + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} \\ \omega_e &= \gamma H_a\end{aligned}\quad (1.33)$$

où  $\langle \theta \rangle$  représente la moyenne des orientations des domaines magnétiques, en fonction du champ appliqué. Les auteurs proposent pour  $\langle \theta \rangle$  la formule suivante :

$$\langle \theta \rangle = \sin p \frac{H\mu_0}{N_z M_s} \quad (1.34)$$

$N_z$  étant le coefficient démagnétisant selon la direction du champ appliqué externe, qui dépend de la forme de l'échantillon. Ce modèle n'est pas prédictif parce qu'il nécessite des mesures préalables afin de fixer le paramètre  $p$  et  $\omega_e$  qui est différent de  $\gamma H_a$  pour des champs appliqués relativement forts.

#### 1.4.6.3.4 Modèle de Bouchaud et Zerah

Bouchaud et Zerah [36] ont utilisé la théorie du milieu effectif pour déterminer les composantes du tenseur de la perméabilité à l'état démagnétisé. Leurs travaux confirment la prédiction de Schlömann concernant la perméabilité initiale. A l'état d'aimantation partielle, les résultats ne sont valables que pour des champs appliqués externes faibles parce que le champ interne est considéré comme le champ d'anisotropie [30] [32].

#### 1.4.6.3.5 Modèle de Gelin (GPT)

Ce modèle [37][38][39] est aussi basé sur les réponses moyennes des domaines aléatoirement orientés. Contrairement aux théories de Rado [32] et Igarashi et Naïto [35], ce modèle tient compte des interactions entre les domaines adjacents en considérant les effets démagnétisants et de Polder-Smit [40] et permet de prédire le comportement hyperfréquence des ferrites polycristallins quel que soit leur état d'aimantation et la bande de fréquence considérée.

Développé au sein du Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Information, de la Communication et de la Connaissance (LabSTICC), Université de Bretagne, le modèle GPT considère le ferrite comme une agglomération de grains ayant la même structure cristallographique. A l'état désaimanté, les domaines adjacents du ferrite sont orientés de sens antiparallèles dans la direction de l'axe de facile aimantation. Lorsqu'un champ magnétique externe est appliqué, les domaines évoluent ainsi que l'orientation de leurs moments magnétiques sous l'effet des champs suivants :

- Champ d'anisotropie magnétocristalline  $H_a$
- Champ externe appliqué  $H_0$
- Champ démagnétisant macroscopique proportionnel à l'aimantation.

La réponse de chaque région est établie en tenant compte dans chaque domaine de l'évolution de l'amplitude et de la direction du champ interne dc et les interactions entre eux. Localement, le mouvement du vecteur d'aimantation dans un domaine se traduit par la résolution de l'équation de Gilbert [41].

Le champ dynamique  $\vec{h}_d$  interne aux domaines n'est pas seulement constitué du champ magnétique radiofréquence  $\vec{h}$  mais également des champs démagnétisants liés à la forme des domaines. Les champs démagnétisants peuvent être considérés comme dépendant de la présence de charges magnétiques dipolaires à la périphérie du domaine. Sous certaines conditions, les charges dipolaires de deux domaines adjacents tendent à s'ajouter et doubler la valeur du champ démagnétisant. C'est le phénomène de Polder-Smit qui couple les vecteurs d'aimantation de deux domaines adjacents. Pour cela, la première étape était l'introduction des effets démagnétisant et Polder-Smit [40] indispensables dans l'équation du mouvement du vecteur d'aimantation. On obtient deux équations de Gilbert couplées représentant deux domaines adjacents :

$$\begin{cases} \frac{d\vec{M}_1}{dt} = \gamma\vec{M}_1 \times (\vec{H}_1 + \vec{h} - n(\vec{m}_1 - \vec{m}_2)) + \frac{\alpha}{M_s} \vec{M}_1 \times \frac{d\vec{M}_1}{dt} \\ \frac{d\vec{M}_2}{dt} = \gamma\vec{M}_2 \times (\vec{H}_2 + \vec{h} - n(\vec{m}_2 - \vec{m}_1)) + \frac{\alpha}{M_s} \vec{M}_2 \times \frac{d\vec{M}_2}{dt} \end{cases} \quad (1.35)$$

où  $\vec{M}_1(\vec{M}_2)$  est le moment magnétique du domaine 1 (2),  $\vec{H}_1(\vec{H}_2)$  est le champ magnétique effectif dc dans le domaine 1 (2),  $\vec{h}$  est le champ magnétique RF,  $\vec{m}_1(\vec{m}_2)$  est la partie dynamique de  $\vec{M}_1(\vec{M}_2)$ ,  $n$  est le coefficient démagnétisant dépendant de la forme du domaine et  $n(\vec{m}_1 - \vec{m}_2)$  représente le champ démagnétisant dynamique (en incluant l'effet Polder-Smit) dans le domaine 1.

La deuxième étape consiste à évaluer le champ magnétique interne dans chaque domaine en fonction de  $M/M_s$  lorsqu'un champ externe est appliqué. Une fois le champ interne dans chaque domaine est connu, on peut résoudre les équations différentielles couplées de Gilbert (1.35) permettant d'exprimer les composantes cartésiennes de l'aimantation dynamique en fonction de celles du champ magnétique hyperfréquence. Il est alors possible d'exprimer les éléments du tenseur de susceptibilité par la suite les composantes du tenseur de perméabilité magnétique.

Cette modélisation permet de couvrir tous les états magnétiques du matériau et en particulier, l'état rémanent qui présente un intérêt certain pour la réalisation de circulateurs autopolarisés à base d'hexaferrite de baryum. Elle a été améliorée en

prenant compte la forme des domaines, la forme des grains et leur répartition statistique et le cycle d'hystérésis du matériau [38][39].

## 1.5 L'utilisation des matériaux de substitution aux ferrites

Les ferrites denses déjà présentés, ont relativement de faibles aimantations à saturation ( $< 0.5$  T), sont limités en terme de fréquence de travail et sollicitent des champs magnétiques extérieurs intenses pour obtenir des performances satisfaisantes permettant leur intégration dans différentes applications. De plus, l'élaboration de ce type de matériaux requiert des températures de frittage très élevées et des contraintes particulières. Pour s'affranchir de tout cela, les chercheurs ont été amenés à réaliser de nouveaux matériaux magnétiques pouvant se substituer aux ferrites denses tout en répondant aux besoins et aux exigences des dispositifs micro-ondes.

Ces nouveaux matériaux sont sensés avoir une faible conductivité électrique aux hautes fréquences favorisant la propagation des ondes et limitant les pertes. L'idée de matériaux composites magnétiques résulte du mélange des milieux magnétiques avec des milieux non magnétiques jouant le rôle d'isolant électrique.

A notre connaissance, peu de travaux ont réellement porté sur le développement de tels matériaux assurant des fonctions non réciproques. Les études réalisées concernent plutôt des composites magnétiques à base de nanofils magnétiques ; Comme cela a été déjà présenté, A. Saib [16] a conçu un circulateur micro-ruban basé sur un matériau magnétique qui combine une membrane polymère avec une matrice de nanofils ferromagnétiques. Une bonne isolation (28 dB) a été obtenue. J-F. ALLAEYS [25] a proposé un modèle de ferrite chargé de nanofils magnétiques.

Nous détaillerons dans les chapitres suivants notre travail se situant dans ce domaine pour optimiser les propriétés électromagnétiques des composites de nanoparticules magnétiques d'hexaferrite de baryum. L'objet sera d'obtenir des propriétés magnétiques proches de celles des corps ferrimagnétiques massifs. Les caractéristiques des particules magnétiques ainsi que de la matrice isolante montreront l'avantage d'associer la forte aimantation à saturation des milieux magnétiques au caractère isolant des milieux diélectriques.

## **1.6 Conclusion**

Ce chapitre introductif a permis de présenter les dispositifs hyperfréquences et en particulier les circulateurs. Ce composant hyperfréquence passif non réciproque est largement utilisé dans les systèmes de télécommunication et des performances toujours plus importantes sont sollicitées pour assurer l'évolution de ce secteur. Sa miniaturisation, un faible coût de fabrication, de faibles pertes ainsi que des fréquences de fonctionnement de plus en plus élevées demeurent à la base des propriétés recherchées. Les paramètres à quantifier pour de bonnes performances sont l'isolation dans le sens bloquant, les pertes d'insertion dans le sens de circulation et la réflexion au niveau des différents ports.

Les milieux magnétiques, qu'utilisent ces dispositifs, ont été présentés avec leurs différentes formes, classes et propriétés. Ceux-ci intégrés dans les dispositifs hyperfréquences, sont souvent sous forme d'une couche plus ou moins épaisse allant d'une dizaine à quelques centaines de micromètres. La structure, la géométrie et les dimensions du dispositif sont liées à la fréquence de fonctionnement. Parmi les techniques de fabrication de couche, nous avons présenté succinctement la pulvérisation, le dépôt par vaporisation plasma ou encore le dépôt par impulsion laser. La technique de fabrication par pulvérisation RF adoptée au LT2C permet de déposer des ferrites grenat (YIG) ainsi que les hexaferrites de baryum (BaM). Ces techniques n'étant pas toujours bien adaptées pour l'orientation des moments magnétiques et pour l'obtention de faibles pertes diélectriques et magnétiques, les matériaux composites semblent être des matériaux de substitution intéressants pour franchir ces limitations technologiques. Ces matériaux formés de particules ferrimagnétiques de taille nanométrique incluses dans une matrice diélectrique isolante paraissent une solution prometteuse. Ils possèdent l'aimantation des milieux ferrimagnétiques dilués et la faible conductivité des milieux diélectriques. D'autre part, cette technique assure la miniaturisation des dispositifs micro-ondes, et l'absence du champ extérieur appliqué si les inclusions magnétiques et les moments magnétiques sont orientés dans une même direction.

## 1.7 Références

- [1] J.C. Maxwell, A Treatise on Electricity and Magnetism, 1873.
- [2] Léo G. Maloratsky, Passive RF & microwave integrated circuits, 2004.
- [3] Y. Konishi, "Lumped Element Y Circulator," Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions, vol. 13, Nov. 1965, p. 852 - 864.
- [4] Y. Konishi, "New theoretical concept for wide band gyromagnetic devices," Magnetics, IEEE Transactions, vol. 8, Sep. 1972, p. 505 - 508.
- [5] E.K.N. Yung, D.G. Zhang, et R.S.K Wong, "A novel waveguide Y-junction circulator with a ferrite sphere for millimeter waves," Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions, vol. 44, Mar. 1996, p. 454 - 456.
- [6] J. Helszajn, "Architecture of symmetrical waveguide junction circulators," Microwave engineering, Jul. 2006, p. 23-29.
- [7] H. Bosma, "On Stripline Y-Circulation at UHF," Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions, vol. 12, Jan. 1964, p. 61 - 72.
- [8] H. Bosma, "On the principle of Stripline Circulation," The Institution of Electrical Engineers, Jan. 1962, p. 137-146.
- [9] C.E. Fay et R.L. Comstock, "Operation of the Ferrite Junction Circulator," Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions, vol. 13, Jan. 1965, p. 15 - 27.
- [10] Y.S. Wu et F.J. Rosenbaum, "Wide-Band Operation of Microstrip Circulators," Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on, vol. 22, Oct. 1974, p. 849 - 856.
- [11] N. Zeina, H. How, C. Vittoria, et R. West, "Self-biasing circulators operating at Ka-band utilizing M-type hexagonal ferrites," Magnetics, IEEE Transactions, vol. 28, Sep. 1992, p. 3219 - 3221.
- [12] H. How, S.A. Oliver, S.W. McKnight, P.M. Zavracky, N.E. McGruer, C. Vittoria, et R. Schmidt, "Theory and experiment of thin-film junction circulator," Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on, vol. 46, Nov. 1998, p. 1645-1653.
- [13] S.A. Oliver, P. Shi, N.E. McGruer, C. Vittoria, W. Hu, H. How, S.W. McKnight, et P.M. Zavracky, "Integrated self-biased hexaferrite microstrip circulators for millimeter-wavelength applications," IEEE Trans. Microwave Theory Tech., vol. 49, Fév. 2001, p. 385-387.
- [14] R.S. Chen et E.K.N. Yung, "Analysis of microstrip circulator with a ferrite sphere," Antennas and Propagation Society International Symposium, 2002. IEEE, vol. 1, 2002, p. 384 - 387.
- [15] A. Guennou, "Etude Magnétostatique et Electromagnétique de Circulateurs Miniatures pour les Modules Actifs Emission/Réception des Systèmes de Télécommunications.," Université de Bretagne Occidentale, 2007.

- [16] A. Saib, M. Darques, L. Piraux, D. Vanhoenacker-Janvier, et I. Huynen, "An unbiased integrated microstrip circulator based on magnetic nanowired substrate," *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 53, Jun. 2005, p. 2043 - 2049.
- [17] B.K. O'Neil et J.L. Young, "Experimental Investigation of a Self-Biased Microstrip Circulator," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 57, Jul. 2009, p. 1669-1674.
- [18] N. Ogasawara et M. Kaji, "Coplanar-guide and slot-guide junction circulators," *Electron. Lett.*, vol. 7, 1971, p. 220–221.
- [19] K. Koshiji et E. Shu, "Circulators using coplanar waveguide," *Electron. Lett.*, vol. 22, 1986, p. 1000–1002.
- [20] E. Bènevent, "Contribution à l'étude et à la réalisation d'un circulateur hyperfréquence à couche magnétique dans la bande 40-50 GHz," Université Jean Monnet de St Etienne, 2006.
- [21] O. Zahwe, "Conception et Réalisation d'un Circulateur Coplanaire à Couche Magnétique de YIG en Bande X pour des Applications en Télécommunications," Université Jean Monnet de St Etienne, 2009.
- [22] O. Zahwe, B. Sauviac, et J.-J. Rousseau, "Fabrication and measurement of a coplanar circulator with 65  $\mu\text{m}$  YIG thin film," *Progress In Electromagnetics Research Letters*, vol. 8, 2009, p. 35-41.
- [23] Y. Chen, T. Sakai, T. Chen, S.D. Yoon, C. Vittoria, et V.G. Harris, "Screen printed thick self-biased, low-loss, barium hexaferrite films by hot-press sintering", *Journal of Applied Physics*, vol. 100, 2006, p. 043907.
- [24] Y. Chen, A. L. Geiler, T. Sakai, S.D. Yoon, C. Vittoria, et V.G. Harris, "Microwave and magnetic properties of self-biased barium hexaferrite screen printed thick films", *Journal of Applied Physics*, vol. 99, 2006, p. 08M904.
- [25] J.F. Allaey, "Propriétés électromagnétiques de nanofils métalliques magnétiques orientés: effets non réciproques," Université Paris-Sud 11, 2007.
- [26] S. Kirouane, "Conception et Réalisation d'un isolateur coplanaire en bande X pour des applications Télécoms," Université Jean Monnet de St Etienne, 2010.
- [27] *Magnétisme, II- Matériaux et applications*, Presses Universitaires de Grenoble, 1999.
- [28] B. LAX et K.J. Button, *Microwave Ferrites and Ferrimagnetics*, McGraw-Hill, N.Y., 1962.
- [29] *Magnétisme, I-Fondements*, Presses Universitaires de Grenoble, 1999.
- [30] E. Schlömann, "Microwave Behavior of Partially Magnetized Ferrites," *Journal of Applied Physics*, vol. 41, 1970, p. 204-214.
- [31] D. Polder, "On the theory of ferromagnetic resonance," *Philos. Mag.*, vol. 40, 1949, p. 99-115.
- [32] G. T. Rado, "Theory of the Microwave Permeability Tensor and Faraday Effect in Nonsaturated Ferromagnetic Materials," *Phys. Rev.*, vol. 89, 1953, p. 529.

- [33] J.J. Green et F. Sandy, "Microwave Characterization of Partially Magnetized Ferrites," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-22, Jun. 1974, p. 641-645.
- [34] M. Igarashi et Y. Naito, "Tensor permeability of partially magnetized ferrites," *IEEE Trans. Magn.*, vol. MAG-13, Sep. 1977, p. 1664-1668.
- [35] M. Igarashi et Y. Naito, "Parallel Component  $\mu_z$  of Partially Magnetized Microwave Ferrites," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-29, Jun. 1981, p. 568-571.
- [36] J.P. Bouchaud et P.G. Zerah, "The initial susceptibility of ferrites: A quantitative theory," *J. Appl. Phys.*, vol. 67, 1990, p. 5512.
- [37] P. Gelin et K. Berthou-Pichavant, "New consistent model for ferrite permeability tensor with arbitrary magnetization state," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 45, Aoû. 1997, p. 1185-1192.
- [38] P. Gelin et P. Queffelec, "Generalized Permeability Tensor Model: Application to Barium Hexaferrite in a Remanent State for Self-Biased Circulators," *IEEE Trans. Magnetics*, vol. 44, Jan. 2008, p. 24-31.
- [39] P. Gelin, P. Queffelec, et F. Le Pennec, "Effect of domain and grain shapes on the dynamical behavior of polycrystalline ferrites: Application to the initial permeability," *Journal of Applied Physics*, vol. 98, Sep. 2005, p. 053906 - 053906-6.
- [40] D. Polder et J. Smit, "Resonance Phenomena in Ferrites," *Rev. Mod. Phys.*, vol. 25, 1953, p. 89-90.
- [41] T.L. Gilbert, "A lagrangian formulation of the gyromagnetic equation of the magnetization field," *Phys. Rev.*, vol. 100, 1955, p. 1243-1255.





---

## **Chapitre 2.**

# **Matériaux Magnétiques**

## **Composites**

---



# Chapitre 2. Matériaux magnétiques composites

2.1	INTRODUCTION-----	69
2.2	MATERIAUX COMPOSITES-----	70
2.3	PARTICULES MAGNETIQUES-----	70
2.4	LOIS DE MELANGES-----	74
2.5	MODELE COMPORTEMENTAL DU MATERIAU COMPOSITE-----	77
2.5.1	<i>Modèle développé au LT2C</i> -----	77
2.5.1.1	Problème statique-----	78
2.5.1.2	Problème dynamique-----	82
2.5.2	<i>Exemples de résultats obtenus</i> -----	85
2.5.2.1	Sans champ appliqué-----	85
2.5.2.2	Particules non orientées-----	86
2.5.2.3	Particules complètement orientées-----	88
2.5.2.4	Fréquence de résonance en fonction du champ appliqué et de l'orientation relative des particules-----	90
2.6	RESINES-----	90
2.6.1	<i>Les polyimides</i> -----	91
2.6.2	<i>BCB : BenzoCycloButène commercialisée</i> -----	91
2.6.3	<i>LCP : Liquid Crystal Polymer</i> -----	91
2.6.4	<i>SU-8</i> -----	92
2.7	TECHNIQUES DE DEPOT EN COUCHES MINCES-----	92
2.7.1	<i>Étalement « Spin coating »</i> -----	93
2.7.2	<i>Trempe-retrait « Dip Coating »</i> -----	94
2.7.3	<i>Dépôt sous champ magnétique</i> -----	95
2.7.4	<i>Traitement des couches minces</i> -----	96
2.8	EXPERIMENTATION : MANIPULATION DES CONSTITUANTS DU MATERIAU COMPOSITE-----	96
2.8.1	<i>Résine SU-8 2000</i> -----	97
2.8.1.1	Étapes technologiques-----	97
2.8.1.2	Couches de SU-8-----	100
2.8.2	<i>Nanoparticules d'Hexaferrite de Baryum</i> -----	102
2.8.2.1	Caractérisation magnétiques des nanoparticules-----	103
2.8.2.2	Synthèse de particules surfactées-----	106
2.9	COUCHES NANOCOMPOSITES-----	107
2.9.1	<i>Caractérisation hyperfréquence</i> -----	107
2.9.1.1	Méthode employée au LT2C-----	107
2.9.1.1.1	Effets non réciproques en fonction de l'orientation :-----	108
2.9.1.1.2	Application d'un champ externe sur un matériau « orienté » :-----	108
2.9.1.1.3	Application d'un champ externe sur un matériau « non orienté » : -	109
2.9.1.1.4	Application d'un champ externe sur un matériau « demi-orienté » : -	110
2.9.1.2	Résultats expérimentaux-----	110
2.9.1.2.1	Choix du type des nanoparticules-----	111
2.9.1.2.2	Effets non réciproques-----	113

2.9.1.2.3 Orientation (champ d'élaboration) -----	114
2.9.1.2.4 Fréquence de résonance en fonction du champ appliqué lors des mesures -----	115
2.9.2 Mesures optiques -----	117
2.9.3 Homogénéisation du mélange nanocomposite-----	120
2.9.3.1 Viscosimètre-----	120
2.9.3.2 Manipulations et comparaison des mélanges-----	122
2.9.4 Salle blanche-----	125
2.10 CONCLUSION-----	128
2.11 REFERENCES-----	129

## **2.1 Introduction**

Ce chapitre a pour objectif de donner les informations générales sur la problématique de ce travail de thèse. Nous donnerons les caractéristiques des nanoparticules magnétiques et de la matrice diélectrique hôte utilisés pour réaliser le composite magnétique. Les différentes lois de mélange sont rappelées dans l'état de l'art. Un nouveau modèle a été développé au laboratoire pour prédire plus exactement le comportement de ce type de matériaux.

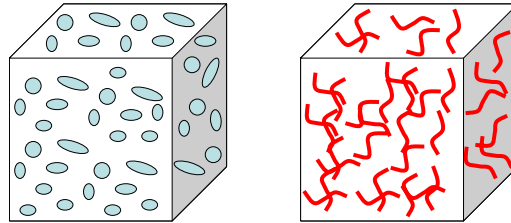
Nous détaillerons ensuite les matériaux utilisés dans notre travail expérimental. Ce travail a débuté par le choix et l'élaboration de la résine (matrice du composite).

Des essais expérimentaux ont montré la faisabilité du procédé de fabrication. Les caractérisations hyperfréquence ont été réalisées et ont donné de précieuses indications sur l'efficacité de ce matériau.

Cette étude est à la base du travail expérimental qui a permis d'établir les différentes étapes technologiques pour aboutir au matériau composite orienté et pour comprendre son comportement en hyperfréquence en fonction de ses constituants.

## 2.2 Matériaux composites

Un matériau composite est, de manière générale, l'association d'au moins deux matériaux. L'un d'eux, autrement dit « matrice », assure la cohésion de la structure, dans laquelle sont inclus les autres matériaux (cf. Figure 2.1).



**Figure 2.1: Différentes structures des matériaux composites (à particules et à fibres)**

Les matériaux « embarqués » sont considérés comme des renforts qui assurent la tenue mécanique du composite. Cependant pour obtenir un matériau avec des propriétés magnétiques ou diélectriques particulières, des particules magnétiques ou diélectriques (ou conductrices) doivent être incorporées. Les caractéristiques du matériau composite sont donc liées à la nature de la matrice et des inclusions ainsi qu'à l'interface entre les deux.

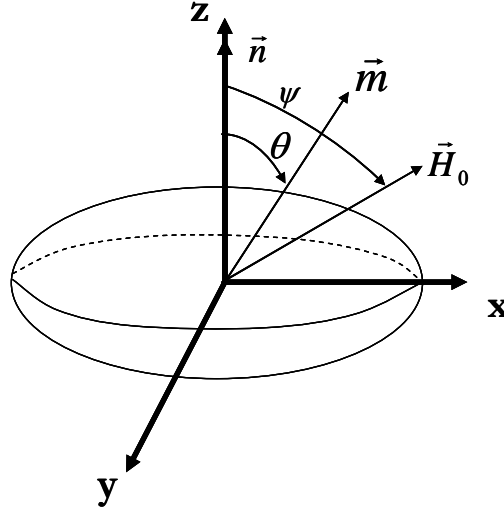
En diminuant le diamètre des particules, les propriétés magnétiques, optiques et électriques sont généralement améliorées. Il convient de rappeler que les particules doivent être beaucoup plus petites que la longueur d'onde pour que l'on puisse considérer ce composite comme un matériau homogène et appliquer éventuellement les lois de mélanges.

## 2.3 Particules Magnétiques

Les particules magnétiques à l'échelle micro et nanométrique intéressent de plus en plus les études fondamentales ainsi que les applications industrielles. Les aimants sont indispensables dans les moteurs, les transformateurs de puissance électrique, les dispositifs de stockage de données, et les dispositifs d'électronique...etc. La miniaturisation recherchée dans les technologies modernes requiert de très petits aimants de taille micro ou encore nanométrique. Nous avons choisi de travailler avec des nanoparticules très anisotropes qui peuvent être vues comme des nano-aimants.

Le moment magnétique des particules  $\vec{m}$  est soumis à deux forces : l'une due à l'anisotropie uniaxiale caractérisée par le coefficient d'anisotropie  $K$  et l'autre due au

champ externe. L'énergie totale est la somme de l'énergie d'anisotropie et l'énergie d'interaction (Zeeman) :  $E = K \sin^2 \theta - H_0 M_s \cos(\psi - \theta)$ .



**Figure 2.2: Une nanoparticule magnétique ayant une anisotropie selon  $\vec{n}$  et un moment magnétique  $\vec{m}$**

L'énergie d'anisotropie dépend de l'anisotropie magnétocristalline et de l'anisotropie de forme. Ces deux formes d'anisotropie doivent être prises en compte. On peut écrire en respectant la configuration donnée dans la Figure 2.2 :

$$E_{\text{anisotropie}} = K \sin^2 \theta + \frac{1}{2}(N_{\perp} M_x^2 + N_{\perp} M_y^2 + N_{\perp} M_z^2) = \left[ K + \frac{M_s^2}{2}(N_{\perp} - N_{\parallel}) \right] \sin^2 \theta \quad [1]$$

avec  $N_{\perp}$  : facteur démagnétisant dans le plan de la particule et perpendiculaire à l'axe de facile aimantation,  $N_{\parallel}$  : facteur démagnétisant perpendiculaire à la surface de la particule et parallèle à l'axe de facile aimantation, et on

définit  $K_{\text{eff}} = K + \frac{M_s^2}{2}(N_{\perp} - N_{\parallel})$ .

Nos particules sont aplaties et le coefficient  $N_{\perp} - N_{\parallel}$  est négatif (avec  $N_{\perp} \approx 0$  et  $N_{\parallel} \approx 1$ ). Le champ d'anisotropie  $H_k$  sera le champ d'anisotropie magnétocristalline auquel on soustrait le champ démagnétisant :  $H_k = 2 \frac{K}{M_s} - M_s N_{\parallel}$ .

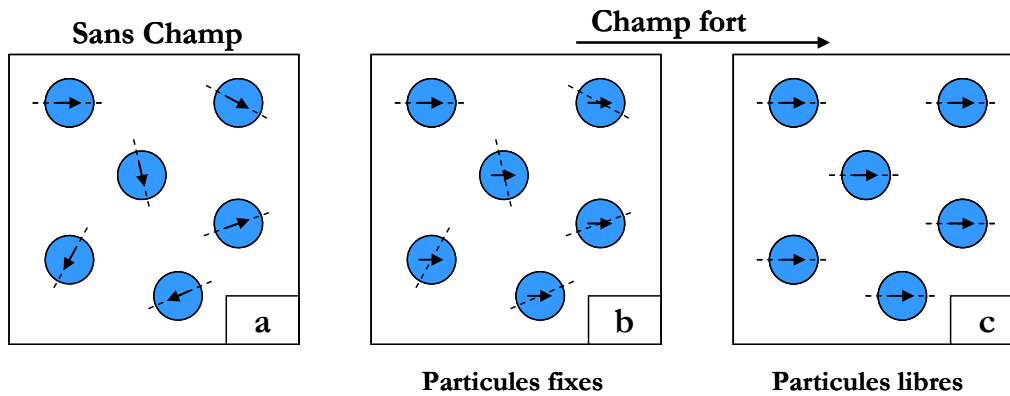
La préparation et la détermination des propriétés des nanoparticules dans les dimensions souhaitées est une étape importante. Une distribution étroite en taille ou monodisperse est fortement souhaitée car les propriétés magnétiques sont fortement



dépendantes de la taille des particules. En effet, pour que les particules restent ferrimagnétiques à température ambiante, leur taille ne doit pas être trop petite. En dessous d'une taille critique, elles ont un comportement superparamagnétique : à température ambiante leur moment s'oriente aléatoirement et ne garde pas une direction fixe. Le moment magnétique  $\vec{m}$  d'une particule de volume  $V$  résulte du couplage ferromagnétique de tous les moments atomiques de la particule. Ce moment est donné par  $m = M_s V$  où  $M_s$  est l'aimantation à saturation par unité de volume. Le paramagnétisme (appelé superparamagnétisme) de grains ferromagnétiques monodomains est important lorsque l'énergie d'anisotropie  $Kv_p$  ( $K$  est la constante d'anisotropie effective et  $v_p$  le volume de la particule) est inférieure ou de même ordre de grandeur que l'énergie thermique  $kT$  ( $k$  constante de Boltzmann). Le phénomène décrivant la rotation ou la fluctuation du moment magnétique à l'intérieur de la particule (sans champ appliqué) est appelé relaxation de Néel. Il ne sera pas pris en compte dans nos travaux car nos particules sont suffisamment grosses et anisotropes.

Le comportement magnétique des nanoparticules ne dépend pas seulement de la composition chimique et de la taille, mais aussi de la modification cristalline et la présence des défauts de la structure comme les fautes d'empilement ou plans maclés. Dans le cas des couches granulaires composées de nanoparticules magnétiques, l'espace inter particulaire affecte fortement les propriétés magnétiques.

Dans le cas où les nanoparticules magnétiques sont dispersées dans un liquide, leurs axes de facile aimantation associés peuvent bouger librement. Cependant, quand elles sont fixes ou piégées dans des matrices plus visqueuses ou même solides, leurs moments magnétiques peuvent toujours s'orienter sous l'influence d'un champ magnétique mais leur axe facile aimantation est fixe. Pour orienter fortement les particules du composite, il est préférable d'appliquer un champ magnétique relativement fort lorsque la matrice est toujours sous sa forme liquide lorsque les particules sont libres de bouger et de s'orienter (cf. Figure 2.3) [2].

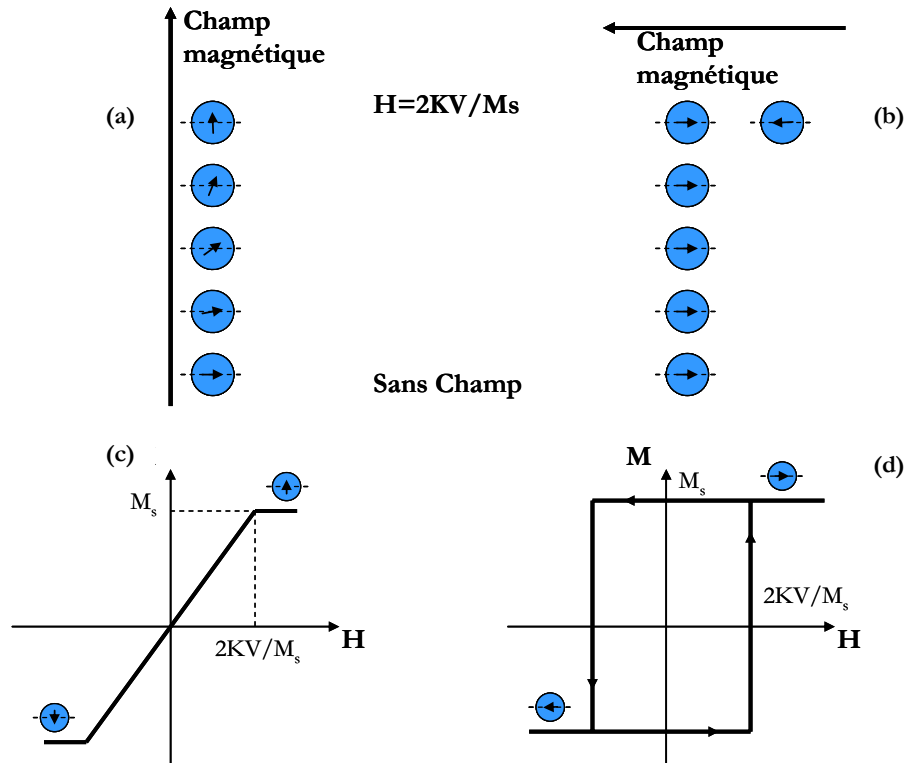


**Figure 2.3:** (a) Ensemble de particules avec des axes facile aimantation orientés aléatoirement. (b) Aimantation d'un ensemble de particules soumis à un champ fort via la rotation des moments magnétiques des particules. (c) Particules magnétiques dispersées dans un liquide qui peuvent s'aligner suivant le champ appliqué. Les directions des axes facile aimantation des particules sont représentées par des lignes pointillées

#### Cycle d'hystérésis :

Sous sa forme couche mince, le matériau magnétique composite est obtenu en étalant une résine plus ou moins liquide, polymérisable, contenant en suspension une poudre fine de particules magnétiques. En général, les particules sont représentées sous forme ellipsoïdale allongée. La Figure 2.4 représente le comportement des particules magnétiques (préalablement orientées) sous l'effet d'un champ appliqué décrivant ainsi le cycle d'hystérésis. Lorsqu'un champ est appliqué perpendiculairement à l'axe facile aimantation (son axe facile aimantation reste dans la même direction), son moment magnétique peut s'orienter suivant la direction du champ appliqué. Ainsi la saturation est atteinte lorsque le moment est orienté dans la direction du champ appliqué. L'aimantation dans ce cas ne décrit pas un cycle d'hystérésis, mais varie linéairement. Une fois le champ annulé, le moment va tendre à s'orienter à nouveau suivant la direction de l'axe facile aimantation [2].

Lorsque le champ magnétique extérieur est appliqué dans la direction de l'axe facile aimantation de la particule, l'aimantation décrit un cycle d'hystérésis en fonction du champ appliqué. L'aimantation de la particule reste inchangée sauf quand l'intensité du champ appliqué dépasse le champ d'anisotropie de la particule, alors son moment magnétique bascule selon la direction de l'axe facile aimantation mais dans la direction opposée (cf. Figure 2.4). Pour un ensemble de particules, nous obtiendrons un effet moyen qui dépendra de l'orientation initiale des particules dans le composite.



**Figure 2.4:** La dépendance de la direction du moment de la particule en présence d'un champ externe appliqué (a) perpendiculaire et (b) parallèle à l'axe facile aimantation. En bas, le champ est nul alors qu'en haut, la saturation est atteinte quand les moments magnétiques sont alignés. (c) et (d) : cycles d'hystérésis pour un champ appliqué perpendiculairement (c) et parallèle (d) à l'axe facile aimantation (qui est représenté par des lignes pointillées)

## 2.4 Lois de mélanges

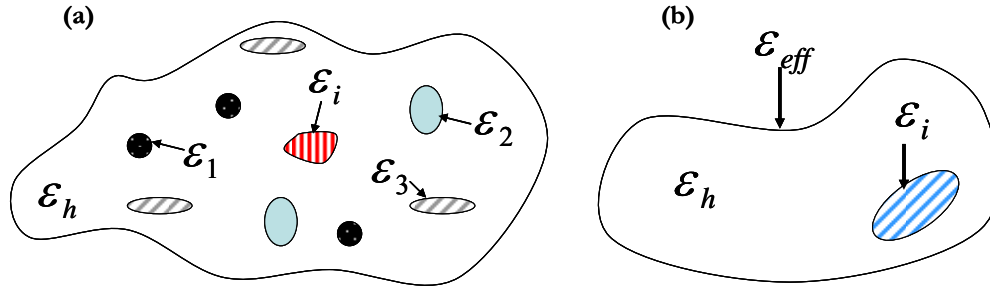
Étant donné qu'un mélange est constitué de plusieurs composants (cf. Figure 2.5), chacun ayant ses propres caractéristiques géométriques, diélectriques et magnétiques, la prédiction du comportement diélectrique et magnétique du mélange, a fait l'objet de nombreuses études. La théorie des mélanges diélectriques a été développée en 1891 quand Maxwell [3] a abordé le problème de l'obtention des caractéristiques électromagnétiques de simples mélanges magnétiques. Après cela, plusieurs chercheurs [4][5][6][7][8][9][10] ont modifié, ajouté, et amélioré les théories antérieures. Une solution exacte du problème n'est possible que pour quelques systèmes idéalisés et bien définis géométriquement.

Dans le Tableau 2.1 une liste des principales lois des mélanges classiques est présentée.

Auteur, mélange, commentaires	Formule du mélange
1) Maxwell, 1891 [3] sphères, 2 phases formule de Maxwell-Garnett ; identique aux résultats de Rayleigh <sup>1</sup> , $\varepsilon_a = \varepsilon_h$	$\varepsilon = \varepsilon_h + \frac{8V_i\varepsilon_h}{[(\varepsilon_i + 2\varepsilon_h)/(\varepsilon_i - \varepsilon_h)] - V_i}$
2) Rayleigh, 1892 [11] sphères, 2 phases ; $\varepsilon_a = \varepsilon_h$	$\frac{\varepsilon - \varepsilon_h}{\varepsilon + 2\varepsilon_h} = V_i \left( \frac{\varepsilon_i - \varepsilon_h}{\varepsilon_i + 2\varepsilon_h} \right)$
3) Wiener, 1912 [12] forme aléatoire, 2 phases ; $\varepsilon_a = \varepsilon_h$ ; $u =$ facteur de forme ; $u = 2\varepsilon_h$ pour les sphères (Forme de Rayleigh) ; $u = 2\varepsilon_i$ = disques	$\frac{\varepsilon - \varepsilon_h}{\varepsilon + u} = V_i \left( \frac{\varepsilon_i - \varepsilon_h}{\varepsilon_i + u} \right)$
4) Bruggemann, 1935 [13] sphères, 2 phases ; $\varepsilon_a = \varepsilon$ ; ( $a=2/3$ )	$\frac{\varepsilon_i - \varepsilon}{\varepsilon_i - \varepsilon_h} = (1 - V_i) \left( \frac{\varepsilon}{\varepsilon_h} \right)^{\frac{1}{3}}$
5) Böttcher, 1945 [14] sphères, 2 phases $\varepsilon_a = \varepsilon$	$\frac{\varepsilon - \varepsilon_h}{3\varepsilon} = V_i \left( \frac{\varepsilon_i - \varepsilon_h}{\varepsilon_i + 2\varepsilon_h} \right)$
6) Polder, van Santen, 1946 [15] ellipsoïdes, multiphase ; $\varepsilon_a = \varepsilon$ , ( $a=1-N_i$ )	$\varepsilon - \varepsilon_h = \sum_{i=1}^N V_i (\varepsilon_i - \varepsilon_h) \frac{E_{\text{int}}}{E_{\text{moy}}}$ où $\frac{E_{\text{int}}}{E_{\text{moy}}} = \frac{1}{3} \sum_{j=1}^3 \left[ 1 + N_j \left( \frac{\varepsilon_j}{\varepsilon} - 1 \right) \right]^{-1}$
7) Looyenga, 1965 [16] sphères, 2 phases	$\varepsilon^{\frac{1}{3}} = V_i \varepsilon_i^{\frac{1}{3}} + (1 - V_i) \varepsilon_h^{\frac{1}{3}}$
8) Sihvola, Kong, 1988 [8] ellipsoïdes, orientation arbitraire	$\varepsilon = \varepsilon_h + \sum_{i=1}^3 \frac{V(\varepsilon_i - \varepsilon_h)[\varepsilon_a + N_i(\varepsilon - \varepsilon_h)]}{3[\varepsilon_a + N_i(\varepsilon_i - \varepsilon_h)]}$ où $\varepsilon_a = \varepsilon_h + a(\varepsilon - \varepsilon_h)$

Tableau 2.1: Résumé des principales lois de mélanges

<sup>1</sup> Permittivité apparente définie par Sihvola, Kong [8] :  $\varepsilon_a = \varepsilon_h + a(\varepsilon_{\text{eff}} - \varepsilon)$  ;  $0 \leq a \leq 1$ . Si  $a = 0$ , résultats de la généralisation de Maxwell-Garnett ou Rayleigh. Si  $a = 1 - N_i$ , (pour les sphères  $a = 2/3$ ), le cas de Polder van Santen est obtenu.  $\varepsilon_h$  : permittivité de l'hôte ou fond ;  $\varepsilon_i$  : permittivité de l'inclusion ;  $\varepsilon$  : permittivité effective du mélange ;  $N_i$  : coefficient de dépolarisation ;  $V_i$  : volume fractionnaire de l'inclusion.



**Figure 2.5: (a) Mélange Multiphase, (b) Inclusion isolée dans un milieu effectif**

Les différentes théories ont tenté de déterminer les propriétés des milieux effectifs (comme la perméabilité effective ou la permittivité effective) en fonction des propriétés des composants pour une proportion volumique donnée de ses constituants. Les expressions de la perméabilité effective de matériaux composites ont été rappelées de manière succincte précédemment. Les plus simples et les plus connues des lois de mélange sont celles de Maxwell Garnett (MGA : Maxwell Garnett Approximation) et de Bruggemann (EMA : Effective Medium Approximation). Pour un mélange biphasé constitué d'inclusions de ferrite sphériques et une matrice hôte amagnétique, l'équation de MGA pour la perméabilité du composite  $\mu$  est :

$$\frac{\mu - 1}{1 + (\mu - 1)/3} = p \frac{\mu_f - 1}{1 + (\mu_f - 1)/3} \quad (2.1)$$

Et l'équation d'EMA est :

$$p \frac{\mu_f - \mu}{\mu + (\mu_f - \mu)/3} + (1 - p) \frac{1 - \mu}{\mu + (1 - \mu)/3} = 0 \quad (2.2)$$

où  $\mu_f$  est la perméabilité du ferrite massif et  $p$  est la fraction volumique des inclusions. Dans les deux équations précédentes, il est considéré que les propriétés magnétiques des particules de ferrite sont indépendantes de leur environnement [17].

La formulation rigoureuse qui conduit à l'approximation du milieu effectif (EMA) a été donnée par D. Stroud [18]. Cette théorie a été ensuite appliquée un grand nombre d'auteurs [19][20][21][17] sur des composites à nanoparticules orientées aléatoirement par J.P. Bouchaud, P.G. Zérah [22] et D. Bariou, P. Quéffélec [23][24] sur des matériaux polycristallins ou composites partiellement magnétisés. La forme des inclusions est généralement sphérique ou cylindrique. Il est difficile d'appliquer cette méthode si les particules ne sont pas des ellipsoïdes. Nous ne rappellerons pas en détail cette théorie qui reste difficilement applicable à notre problème.

Si l'inclusion dans le composite est une particule magnétique non sphérique, alors les champs démagnétisants dans cette inclusion sont dépendants du milieu [19]. La perméabilité intrinsèque des inclusions peut changer avec l'augmentation ou la diminution de la fraction volumique due à la variation des champs démagnétisants [19] et dépend aussi de l'interaction entre les particules. Pour des poudres fines et surtout pour des nanocomposites dopés d'inclusions mono-domaines non-sphériques, les propriétés magnétiques peuvent être modifiées de manière importante [17].

Comme l'a précisé le paragraphe précédent, le modèle de Stoner-Wohlfarth constitue la description la plus simple des propriétés d'une particule nanométrique et permet de décrire simplement son cycle d'hystérésis.

Dans notre cas d'étude, nous distinguerons deux phases : la première lors de l'élaboration du composite, un champ magnétisant fort est appliqué pour aligner et orienter les particules. La seconde phase consiste à utiliser et caractériser le matériau composite une fois solidifié. Un champ extérieur plus faible que celui ayant été utilisé pour la fabrication pourra être appliqué durant la phase de caractérisation afin de déterminer certaines propriétés électromagnétiques. Ce champ est supposé trop faible pour inverser par rotation le moment magnétique des particules.

Comme les différentes théories présentées (conduisant aux lois de mélanges) s'avèrent complexes et difficilement applicables à nos nanoparticules d'hexaferrite de baryum, nous avons développé un modèle propre à notre matériau.

## 2.5 Modèle comportemental du matériau composite

### 2.5.1 Modèle développé au LT2C

Comme dans les modèles de type comportemental, nous avons cherché à déterminer la perméabilité tensorielle du matériau en cherchant la réponse des particules magnétiques à la stimulation par un champ RF en prenant en compte leur orientation et leurs éventuelles interactions.

Comme dans les modèles développés par P. Gelin et P. Quéffélec [25][26] sur les matériaux massifs, on part de l'équation de Landau-Lifshitz-Gilbert. Pour la particule  $i$  on peut écrire :

$$\frac{d\vec{M}_i}{dt} = -\gamma\vec{M}_i \times \vec{H}_i(t) + \frac{\alpha}{M_s} \left( \vec{M}_i(t) \times \frac{d\vec{M}_i}{dt} \right) \quad (2.3)$$

où l'on définit les champs statiques  $H_0$  et  $M_0$  et dynamiques  $m(t)$  et  $h(t)$  de la manière suivante :

$$\vec{M}_i(t) = \vec{M}_0 + \vec{m}_i(t), \quad \vec{H}_i(t) = \vec{H}_0 + \vec{h}_i(t)$$

Nous avons donc à déterminer le champ statique interne (« problème statique ») de la particule et le champ RF que nous noterons « problème dynamique ».

### 2.5.1.1 Problème statique

On suppose qu'une orientation privilégiée a été obtenue selon l'axe z en appliquant un champ au cours de l'élaboration du composite.

Le champ  $H_k$  ( $M_k$ ) est le champ d'anisotropie,  $H_e$  le champ appliqué ajouté au champ dipolaire et  $H_i$  ( $M_i$ ) le champ interne. On peut écrire :

$$M_i \vec{u}_i = M_k \vec{u}_k + M_e \vec{u}_z \quad \text{et} \quad H_i \vec{u}_i = H_k \vec{u}_k + H_e \vec{u}_z$$

En utilisant les angles indiqués Figure 2.6, on exprime  $M_k$  en fonction de  $M_i$  :

$$M_k = M_i \left( 1 - \frac{\tan \phi}{\tan \psi} \right) = M_i \frac{\sin(\psi - \phi)}{\sin \psi} \quad \text{et} \quad M_e = M_i \frac{\sin \phi}{\sin \psi}$$

$$M_i \vec{u}_i = M_i \frac{\sin(\psi - \phi)}{\sin \psi} \vec{u}_k + M_i \frac{\sin \phi}{\sin \psi} \vec{u}_z \quad (2.4)$$

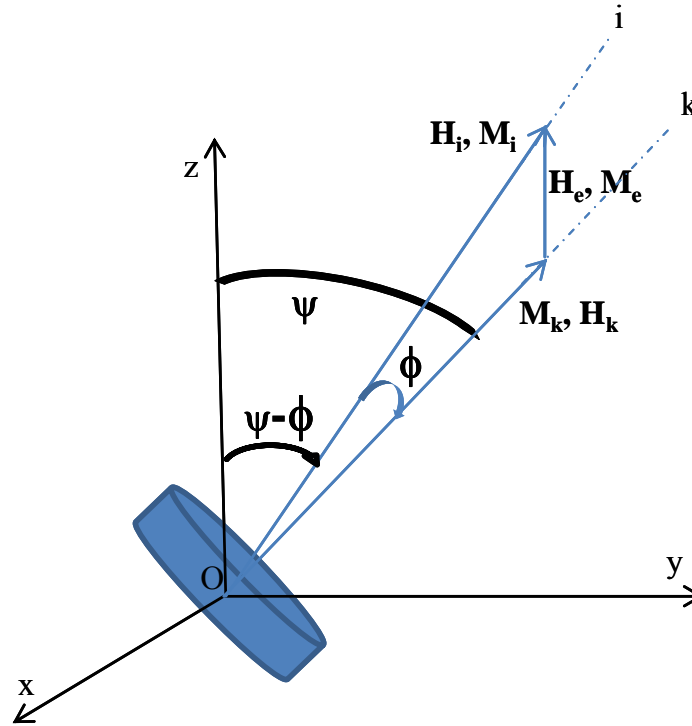


Figure 2.6 : Représentation schématique d'une particule orientée

On exprime également le champ interne:

$$\vec{H}_i = \vec{H}_a - \overline{N}_k \vec{M}_k + \vec{H}_0 - \overline{N}_z \vec{M}_e + \vec{H}_{dip}$$

avec  $\vec{H}_k = \vec{H}_a - \overline{N}_k \vec{M}_k$ ,  $\vec{H}_a$  étant le champ d'anisotropie magnétocristalline (matériau infini) et  $N_k$  (noté aussi  $N_{//}$ ) le facteur démagnétisant suivant la direction de facile aimantation. Le facteur démagnétisant  $N_{//}$  est proche de 1 pour nos particules plates.

$\vec{H}_0$  est le champ externe appliqué et  $\overline{N}_z \vec{M}_e$  le champ démagnétisant selon l'axe z. Ce champ démagnétisant reste très faible devant  $\overline{N}_k \vec{M}_k$  car le champ appliqué est petit devant le champ d'anisotropie pour nos applications.

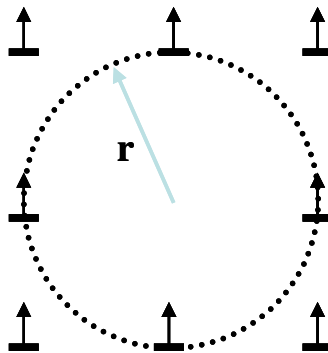
### **Champ dipolaire $H_{dip}$ :**

Pour évaluer ce champ dipolaire ou d'interaction entre particules, on fait l'approximation d'un matériau infini, et, pour une première approche dans cette thèse, d'un espace entre particules grand devant leur taille.

On calcule alors le champ créé à une distance  $r$  par une particule en utilisant l'expression (magnétostatique) :

$$\vec{H}_p = \frac{3(\vec{m} \cdot \vec{r})\vec{r} - r^2 \vec{m}}{4\pi r^5} \quad (2.5)$$

en faisant les approximations suivantes : dispersion idéale et orientation parfaite des particules selon l'axe z.



**Figure 2.7 : n particules orientées de moment magnétique m**

On peut calculer le champ créé par les particules les plus proches et les plus influentes (distance  $r$ ). Le premier terme de l'expression précédente s'annule et il reste :



$$\vec{H}_{dip} = -\frac{1}{4\pi r^3} \sum_n \vec{m}_n$$

En prenant le volume de la sphère de rayon  $r$ , cette expression peut s'écrire :

$$H_{dip} = -\frac{1}{3 \frac{4\pi r^3}{3}} \sum_n m_n = -\frac{1}{3} \frac{\sum_n m_n}{V} = -\frac{M_{s\_comp}}{3}$$

Le terme  $M_{s\_comp} = \frac{\sum_n m_n}{V}$  peut être assimilé à l'aimantation à saturation du composite. Le champ dipolaire correspond ici à une sphère aimantée de rayon  $r$ . Il faut aussi prendre en compte l'état d'aimantation partiel du composite qui correspond à une orientation plus aléatoire des particules.

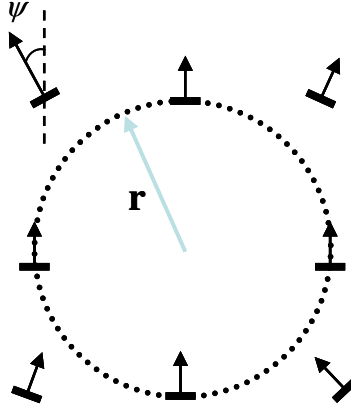


Figure 2.8 : Particules orientées aléatoirement

Le premier terme de l'expression reste faible et le second terme donne un vecteur moyen toujours selon l'axe  $z$  :

$$H_{dip} \approx -\langle \cos \psi \rangle \frac{M_{s\_comp}}{3}$$

En utilisant la concentration volumique en matériau magnétique  $c = \frac{\langle v_p \rangle}{V}$  ( $\langle v_p \rangle$  étant le volume moyen des particules et  $M_{sp}$  étant l'aimantation à saturation d'une particule), on utilisera la relation suivante pour estimer le champ dipolaire :

$$\vec{H}_{dip} \approx -c \langle \cos \psi \rangle \frac{|M_{sp}|}{3} \vec{u}_z \quad (2.6)$$

**Champ interne  $H_i$  :**

A partir des notations données dans la Figure 2.6 et en projetant sur les axes Oz et Ok, il est facile de déduire  $H_i = H_k \cos \phi + H_e \cos(\psi - \phi)$  et on déduit les relations suivantes :

$$\tan \phi = \frac{H_e \sin \psi}{H_k + H_e \cos \psi} = \frac{\sin \psi}{\frac{H_k}{H_e} + \cos \psi} \Leftrightarrow 1 - \frac{\tan \phi}{\tan \psi} = \frac{\frac{H_k}{H_e}}{\frac{H_k}{H_e} + \cos \psi}$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \sin \phi = \frac{\sin \psi}{\left(1 + 2 \frac{H_k}{H_e} \cos \psi + \left(\frac{H_k}{H_e}\right)^2\right)^{\frac{1}{2}}} \\ \cos \phi = \frac{\cos \psi + \frac{H_k}{H_e}}{\left(1 + 2 \frac{H_k}{H_e} \cos \psi + \left(\frac{H_k}{H_e}\right)^2\right)^{\frac{1}{2}}} \end{array} \right.$$

pour obtenir  $H_i = \left(H_e^2 + 2H_k H_e \cos \psi + H_k^2\right)^{\frac{1}{2}}$

Finalement, nous avons donc le système suivant à résoudre pour déterminer le champ interne :

$$H_k = H_a - N_{//} \frac{M_i \frac{H_k}{H_e}}{\left(1 + 2 \frac{H_k}{H_e} \cos \psi + \left(\frac{H_k}{H_e}\right)^2\right)^{\frac{1}{2}}}$$

$$H_e = H_0 + H_{dip} - N_z \frac{M_i}{\left(1 + 2 \frac{H_k}{H_e} \cos \psi + \left(\frac{H_k}{H_e}\right)^2\right)^{\frac{1}{2}}}$$

Cette résolution ne conduit pas à une solution analytique simple. Il faut aussi déterminer le facteur  $N_z$  qui dépend de l'angle  $\psi$ .

Fort heureusement, nous pouvons faire un certain nombre d'approximations. Le rapport  $\frac{H_k}{H_e}$  est grand et en première approximation nous retiendrons :

$$H_k = H_a - N_{//}M_i \quad (2.7)$$

$$H_e = H_0 + H_{dip} \quad (2.8)$$

$$H_i = \left( H_e^2 + 2H_k H_e \cos\psi + H_k^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.9)$$

### 2.5.1.2 Problème dynamique

En utilisant l'approximation des petits signaux, l'équation de Gilbert (2.3) s'écrit sous la forme suivante :

$$j\omega\vec{m} = -\omega_m\vec{u}_k \times (\vec{h}_0 + \vec{h}_d) + \omega_i\vec{m} \times \vec{u}_i + j\alpha\omega\vec{u}_i \times \vec{m} \quad (2.10)$$

avec :

$$\omega_m = \gamma M_i \text{ et } \omega_i = \gamma H_i$$

$h_d$  correspond à la somme du champ démagnétisant et du champ dipolaire dynamiques,  $h_0$  étant le champ RF appliqué.

Pour simplification, le champ dipolaire RF moyen sera négligé. Il est généralement petit devant le champ appliqué. Le champ démagnétisant pourra être approché de la même manière que celle développée par Ph. Gelin et al [25] pour prendre en compte un effet « Polder Smith » entre particules monodomains.

Le premier modèle que nous présentons ne prend pas en compte ce champ démagnétisant. Il devrait être valide seulement pour de faibles concentrations. Cependant nous l'étendrons à des concentrations plus élevées pour tester son aptitude à prédire, même grossièrement, le comportement du matériau.

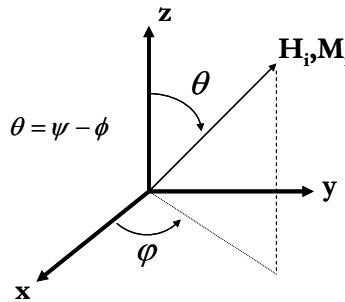


Figure 2.9 : Système de coordonnées sphériques

En effectuant les produits vectoriels avec les angles définis en système sphérique  $(\varphi, \theta)$  et en posant  $\theta = \psi - \phi$  nous arrivons au système suivant :

$$\begin{cases} m_x = -j \frac{\omega_m}{\omega} (\sin \varphi \sin \theta h_z - \cos \theta h_y) + \left( j \frac{\omega_0}{\omega} - \alpha \right) (\sin \varphi \sin \theta m_z - \cos \theta m_y) \\ m_y = -j \frac{\omega_m}{\omega} (-\cos \varphi \sin \theta h_z + \cos \theta h_x) + \left( j \frac{\omega_0}{\omega} - \alpha \right) (-\cos \varphi \sin \theta m_z + \cos \theta m_x) \\ m_z = -j \frac{\omega_m}{\omega} (\cos \varphi \sin \theta h_y - \sin \varphi \sin \theta h_x) + \left( j \frac{\omega_0}{\omega} - \alpha \right) (\cos \varphi \sin \theta m_y - \sin \varphi \sin \theta m_x) \end{cases} \quad (2.11)$$

En résolvant ce système d'équation nous obtenons la matrice de susceptibilité magnétique  $\vec{m} = \overline{\chi} \vec{h}$  :

$$\overline{\chi} = \begin{bmatrix} \chi_{11} & \chi_{12} & \chi_{13} \\ \chi_{21} & \chi_{22} & \chi_{23} \\ \chi_{31} & \chi_{32} & \chi_{33} \end{bmatrix}$$

avec les expression suivantes :

$$\begin{cases} \chi_{11} = \frac{\omega_m (\omega_0 + j\alpha\omega)}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} ((\cos \theta)^2 + (\sin \theta)^2 (\sin \varphi)^2) \\ \chi_{12} = -\frac{\omega_m [(\omega_0 + j\alpha\omega) \cos \varphi \sin \varphi (\sin \theta)^2 + j\omega \cos \theta]}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} \\ \chi_{13} = \frac{\omega_m [j\omega \sin \varphi - (\omega_0 + j\alpha\omega) \cos \varphi \cos \theta] \sin \theta}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} \\ \chi_{21} = \frac{\omega_m [-(\omega_0 + j\alpha\omega) \cos \varphi \sin \varphi (\sin \theta)^2 + j\omega \cos \theta]}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} \\ \chi_{22} = \chi_{11} \\ \chi_{23} = \frac{-\omega_m [j\omega \cos \varphi + (\omega_0 + j\alpha\omega) \sin \varphi \cos \theta] \sin \theta}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} \\ \chi_{31} = -\frac{\omega_m [j\omega \sin \varphi + (\omega_0 + j\alpha\omega) \cos \varphi \cos \theta] \sin \theta}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} \\ \chi_{32} = \frac{\omega_m [j\omega \cos \varphi - (\omega_0 + j\alpha\omega) \sin \varphi \cos \theta] \sin \theta}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} \\ \chi_{33} = \frac{\omega_m (\omega_0 + j\alpha\omega)}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} (\sin \theta)^2 \end{cases} \quad (2.12)$$

Il faut ensuite faire la moyenne de ces expressions pour toutes les particules. Nous utilisons une loi statistique de type Langevin qui permet de prendre en compte la concentration et l'orientation des particules.

La distribution de Langevin (généralement utilisée pour décrire le paramagnétisme des ferrofluides) permet de calculer le moment magnétique moyen selon l'axe z (direction du champ appliqué pour orienter les particules) :

$$\langle m \rangle = \frac{\int_0^\pi m \cos \psi e^{-\frac{E}{kT}} \sin \psi d\psi}{\int_0^\pi e^{-\frac{E}{kT}} \sin \psi d\psi} \quad (2.13)$$

L'intégration ne s'effectue qu'en fonction de l'angle  $\psi$  car tous les points sont équiprobables suivant l'angle  $\varphi$   $[0 ; 2\pi]$ . L'énergie  $E$  correspond à l'énergie magnétostatique créée par le champ appliqué  $B$  durant la phase de solidification du composite :  $E = -mB \cos \psi$ . L'aimantation du composite devient :

$$\frac{M}{M_{s\_comp}} = \frac{\int_0^\pi \cos \psi e^{-\frac{E}{kT}} \sin \psi d\psi}{\int_0^\pi e^{-\frac{E}{kT}} \sin \psi d\psi} = \langle \cos \psi \rangle \quad (2.14)$$

Ensuite il est possible de calculer statistiquement les valeurs des composantes du tenseur de susceptibilité connaissant le champ interne  $H_i$ ,  $\omega_i$  et  $\omega_m$  en fonction de  $\psi$  uniquement car tous les états sont équiprobables sur  $\varphi$ ,  $\left( \int_0^{2\pi} \sin \varphi d\varphi = \int_0^{2\pi} \cos \varphi d\varphi = 0 \right)$ .

Il reste les termes suivants, les autres étant nuls :

$$\begin{aligned} \chi_{11} &= \frac{\omega_m (\omega_0 + j\alpha\omega)}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} \left( (\cos \theta)^2 + \frac{(\sin \theta)^2}{2} \right) \\ \chi_{12} &= -\frac{\omega_m j\omega \cos \theta}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} = -\chi_{21} \\ \chi_{33} &= \frac{\omega_m (\omega_0 + j\alpha\omega)}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} (\sin \theta)^2 \end{aligned}$$

En utilisant la loi de distribution précédente, on obtient les valeurs de  $\mu = 1 + \chi_{11}$ ,  $j\kappa = \chi_{12}$  et  $\mu_z = 1 + \chi_{33}$ . Par exemple  $\mu$  est calculé par :

$$\mu = 1 + \frac{\int_0^\pi \frac{\omega_m (\omega_0 + j\alpha\omega)}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} \left( (\cos\theta)^2 + \frac{(\sin\theta)^2}{2} \right) e^{-\frac{E}{kT}} \sin\psi d\psi}{\int_0^\pi e^{-\frac{E}{kT}} \sin\psi d\psi}$$

avec  $\theta = \psi - \phi$ .

## 2.5.2 Exemples de résultats obtenus

Nous présentons les principaux résultats en fixant la concentration volumique à 15 %, la valeur atteinte expérimentalement. Les résultats dépendent du champ externe appliqué, de l'orientation et de la concentration.

### 2.5.2.1 Sans champ appliqué

Nous n'appliquons aucun champ externe dans ce cas, mais l'orientation varie de 0 à 100 % ( $M/M_s$  ou  $\langle \cos\psi \rangle$ ).

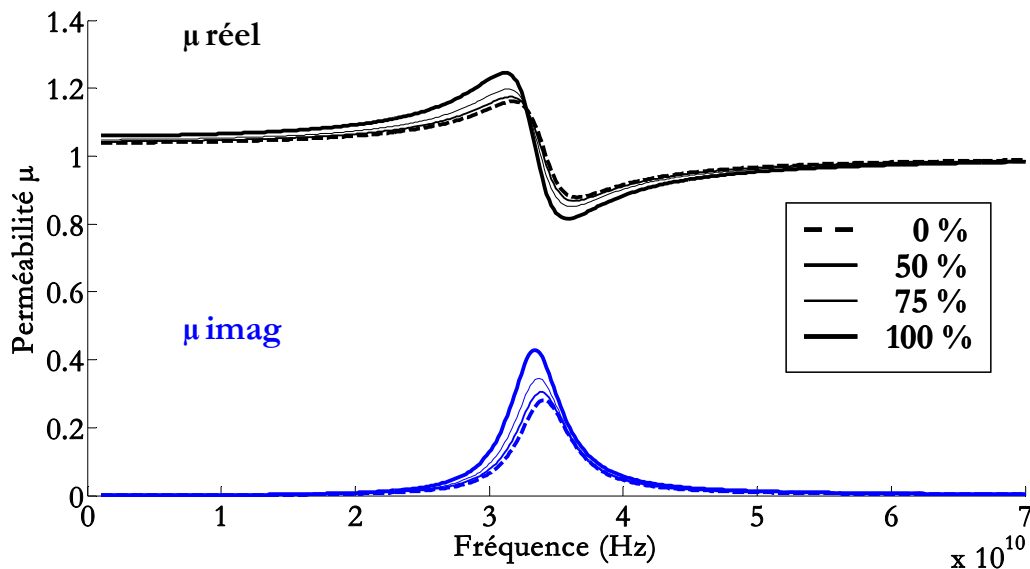


Figure 2.10 : Composante  $\mu$  du tenseur de perméabilité en fonction de l'orientation des nanoparticules d'hexaferrite de baryum sans champ externe

Les figures 2.10, 2.11 et 2.12 montrent les variations des composantes  $\mu$ ,  $\kappa$  et  $\mu_z$  du tenseur de perméabilité en fonction de l'orientation des nanoparticules magnétiques.  $\mu$  et  $\kappa$  augmentent avec l'orientation alors que la composante  $\mu_z$  tend vers 1. Notre modèle converge bien vers celui de Polder dans le cas saturé. La fréquence de résonance reste pratiquement inchangée (champ dipolaire faible).

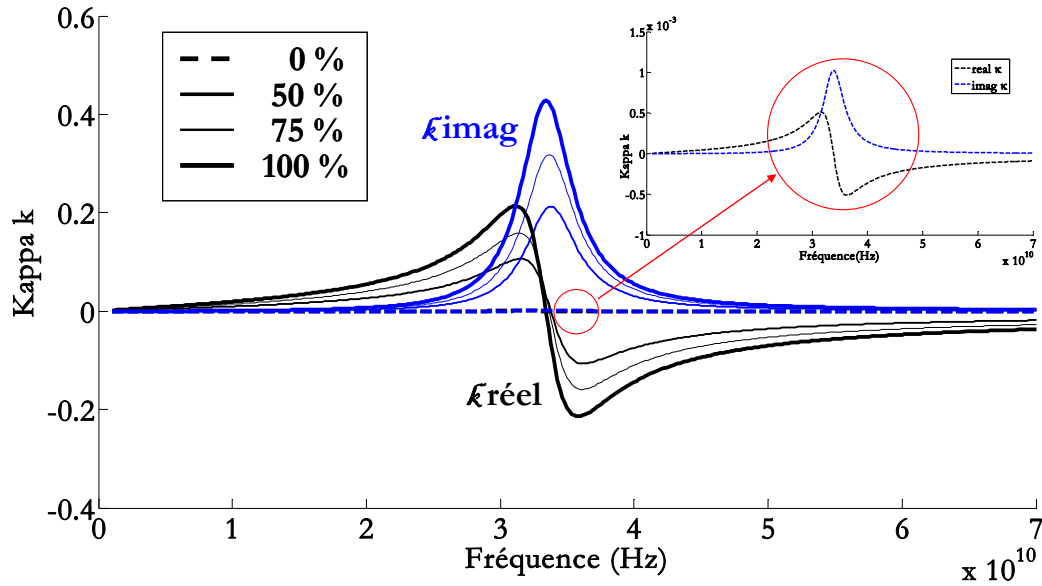


Figure 2.11 : Composante  $k$  du tenseur de perméabilité en fonction de l'orientation des nanoparticules d'hexaferrite de baryum sans champ externe

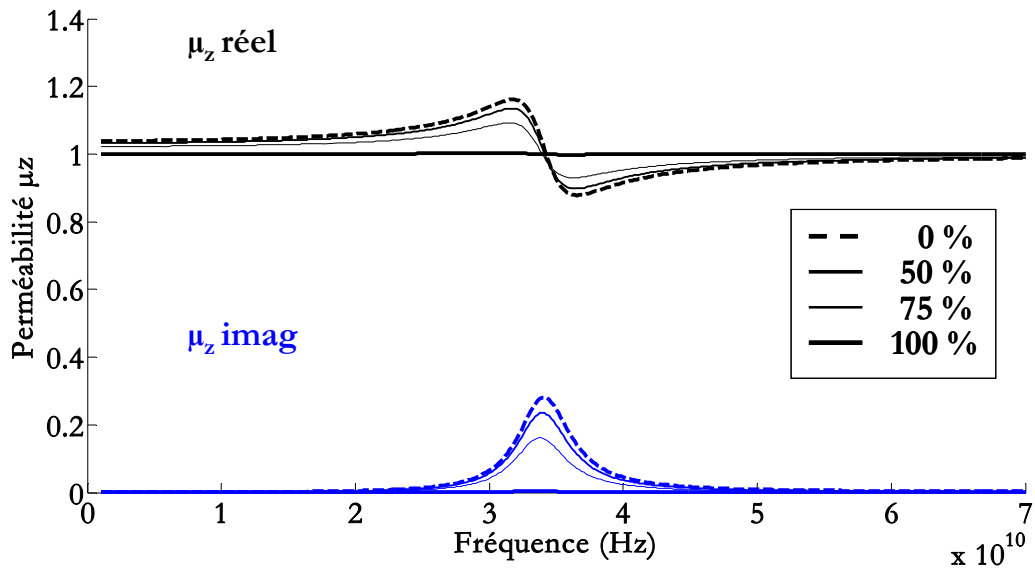


Figure 2.12 : Composante  $\mu_z$  du tenseur de perméabilité en fonction de l'orientation des nanoparticules d'hexaferrite de baryum sans champ externe

### 2.5.2.2 Particules non orientées

La concentration volumique étant toujours 15 %, nous étudions le cas d'un matériau non orienté. L'effet du champ externe appliqué est montré dans les figures suivantes.

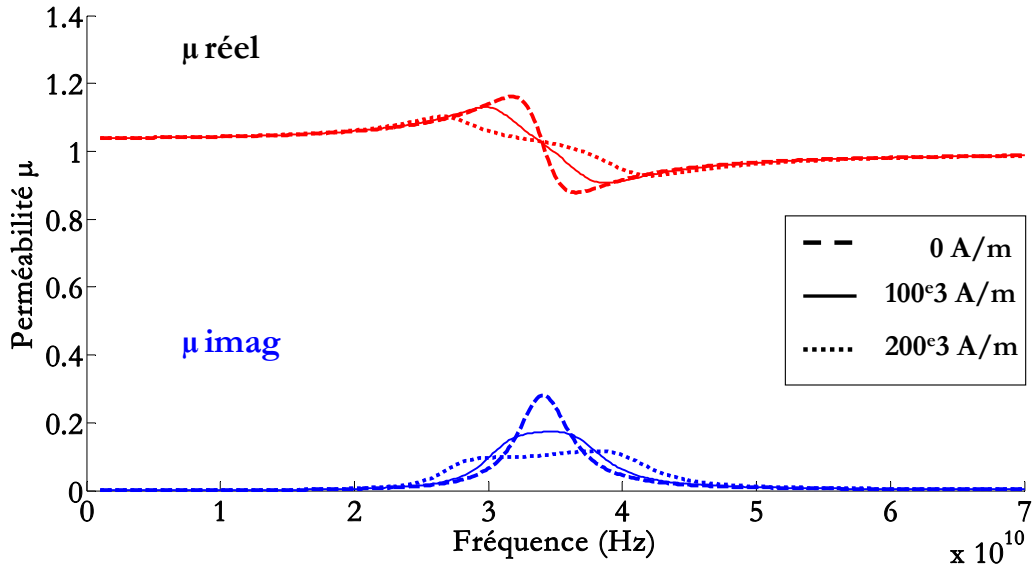


Figure 2.13 : Composante  $\mu$  du tenseur de perméabilité en fonction de l'intensité du champ externe appliqué avec des nanoparticules d'hexaferrite de baryum orientées aléatoirement

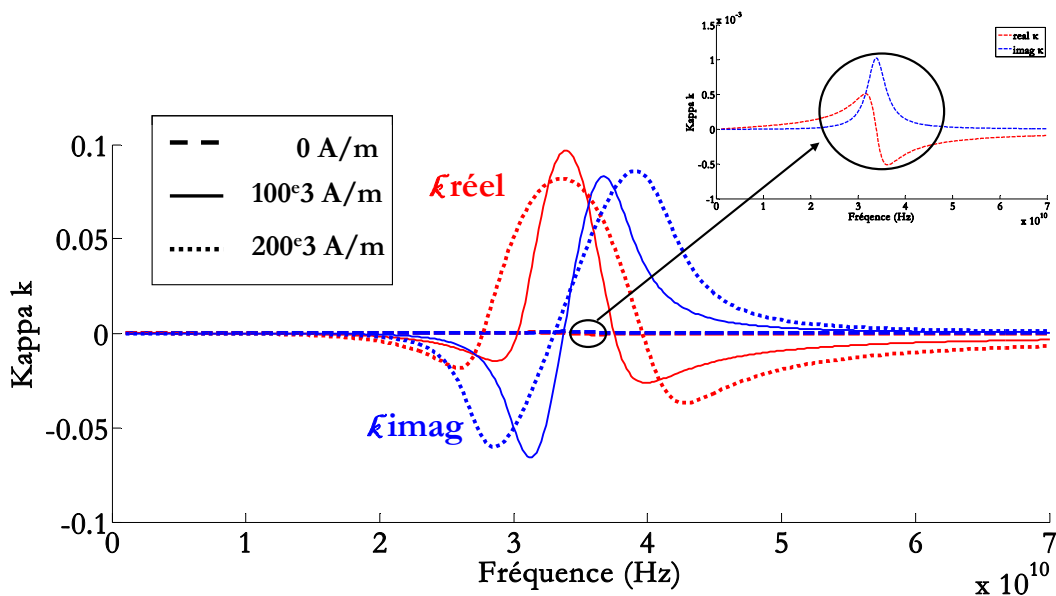


Figure 2.14 : Composante  $\kappa$  du tenseur de perméabilité en fonction de l'intensité du champ externe appliqué avec des nanoparticules d'hexaferrite de baryum orientées aléatoirement

Nous remarquons que la fréquence de résonance ne change pas avec l'application d'un champ externe. Ce champ n'est pas capable d'orienter sensiblement les moments des particules. Les pertes sont visibles sur les courbes des figures 2.13, 2.14 et 2.15 qui se déforment lorsque l'on augmente le champ externe appliqué.



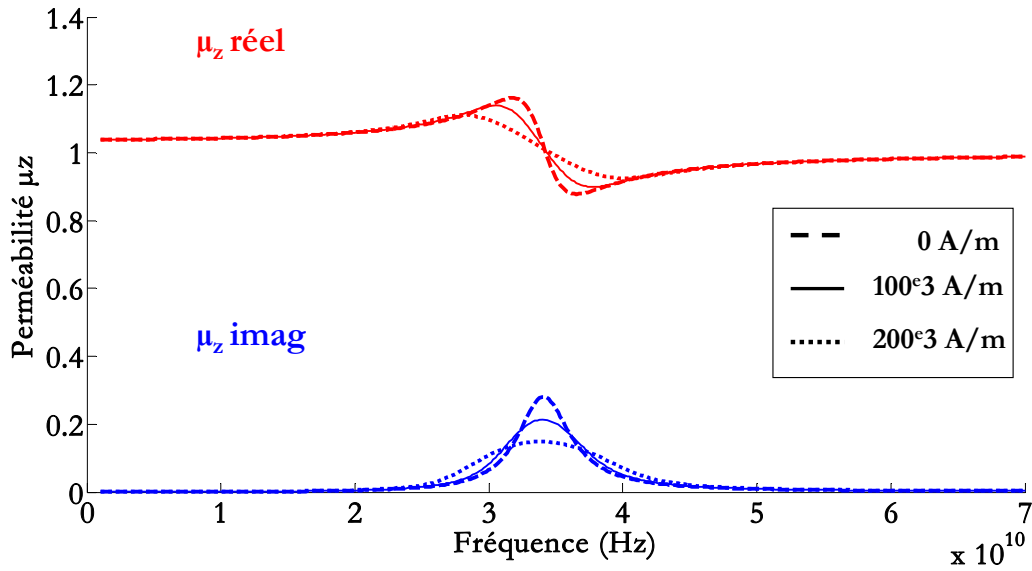


Figure 2.15 : Composante  $\mu_z$  du tenseur de perméabilité en fonction de l'intensité du champ externe appliqué avec des nanoparticules d'hexaferrite de baryum orientées aléatoirement

### 2.5.2.3 Particules complètement orientées

Nous considérons les nanoparticules alignées et orientées à 99 % suivant l'axe z. Un champ externe est appliqué avec différentes intensités. Les figures 2.16, 2.17 et 2.18 montrent l'effet de ce champ sur les composantes du tenseur de perméabilité.

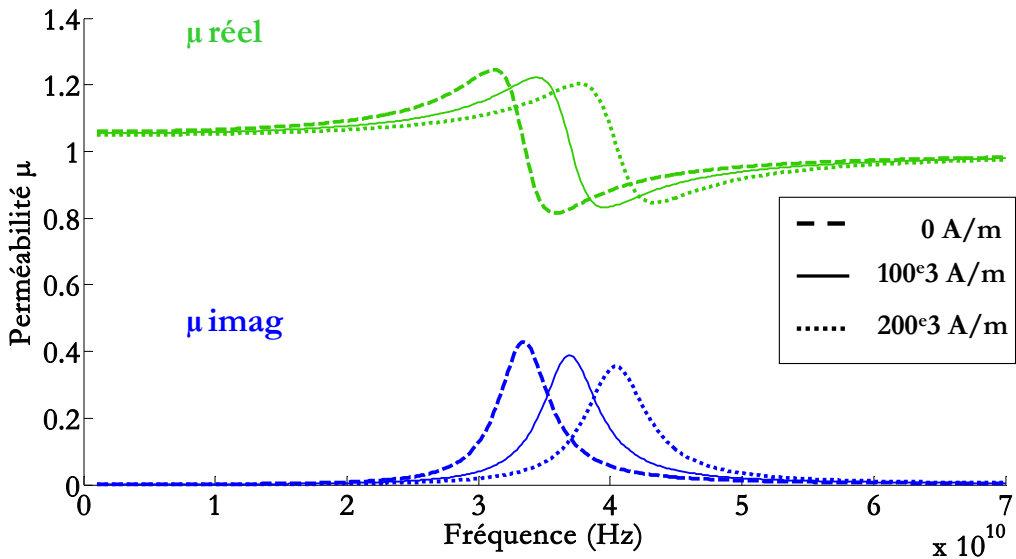


Figure 2.16 : Composante  $\mu$  du tenseur de perméabilité en fonction de l'intensité du champ externe appliqué avec des nanoparticules d'hexaferrite de baryum complètement orientées selon Oz

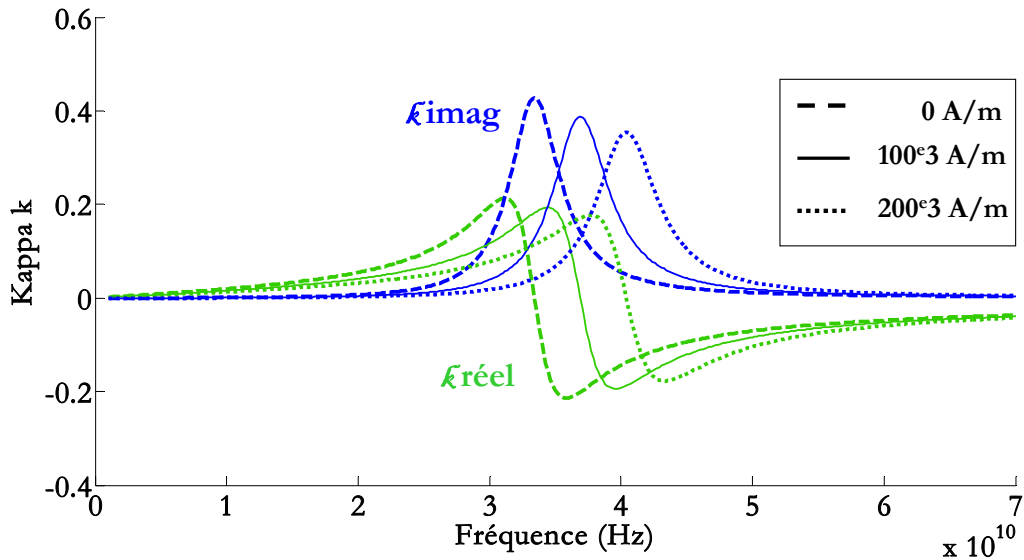


Figure 2.17 : Composante  $k$  du tenseur de perméabilité en fonction de l'intensité du champ externe appliqué avec des nanoparticules d'hexaferrite de baryum complètement orientées selon Oz

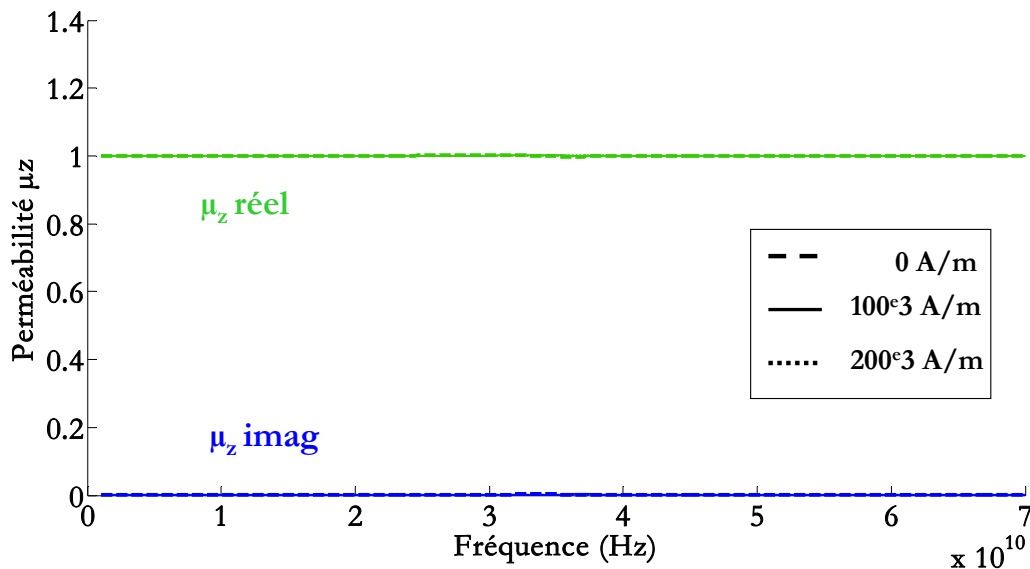


Figure 2.18 : Composante  $\mu_z$  du tenseur de perméabilité en fonction de l'intensité du champ externe appliqué avec des nanoparticules d'hexaferrite de baryum complètement orientées selon Oz

Le champ appliqué n'a aucun effet sur la composante  $\mu_z$  du tenseur de perméabilité puisque le matériau est parfaitement orienté ou saturé. Cependant, ce champ s'ajoute au champ interne du matériau magnétique augmentant ainsi la fréquence de résonance.

### 2.5.2.4 Fréquence de résonance en fonction du champ appliqué et de l'orientation relative des particules

De la même manière nous pourrions représenter les variations de la fréquence de résonance en fonction du champ appliqué. Pour un matériau magnétique faiblement orienté, la fréquence de résonance varie faiblement en appliquant un champ externe. Plus ce champ appliqué est grand plus cette variation est visible (cf. Figure 2.19).

Dans le cas d'un matériau orienté et même saturé, la fréquence de résonance varie linéairement avec le champ externe appliqué. Nous retrouvons les résultats du modèle de Polder.

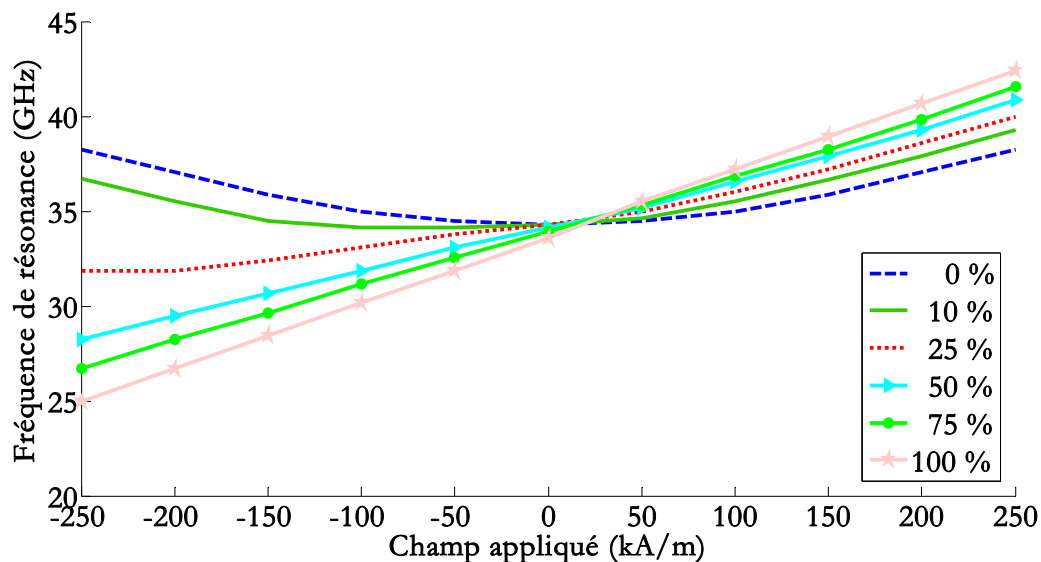


Figure 2.19 : Variation de la fréquence de résonance en fonction du champ externe appliqué pour différents états d'orientation des nanoparticules

## 2.6 Résines

Il existe de nombreuses résines utilisées dans les composants hautes fréquences; elles sont réparties en deux grandes familles : les polyimides et les polymères.

Le choix du diélectrique qui constituera la matrice hôte est un élément clé d'un composant passif à faibles pertes et à fort facteur de qualité. Il doit regrouper plusieurs qualités comme :

- Une faible tangente de pertes ( $tg \delta$ ),
- Une faible absorption d'humidité,

- Une excellente compatibilité avec les autres matériaux (les nanoparticules essentiellement puis le substrat d'alumine et la métallisation gravée au-dessus),
- Photosensible pour minimiser le nombre d'étapes technologiques,
- Une bonne résistance aux produits chimiques utilisés au cours des procédés technologiques réalisés ultérieurement,
- Une stabilité de ses propriétés en fonction de l'humidité, de la température, du vieillissement et de la fréquence.

### **2.6.1 Les polyimides**

Les polyimides sont un groupe intéressant de polymères, auxquels on rajoute un groupe « imide », très résistants mécaniquement, chimiquement et thermiquement. Cette grande résistance leur permet de remplacer le verre et les métaux comme l'acier dans des applications industrielles très exigeantes. Cependant, les polyimides sont obtenus à partir d'acide polyamide qui pose un énorme problème, en particulier, avec le cuivre [27], [28]. De plus, ils absorbent l'humidité provoquant une variation de leur constante diélectrique [27], [29], [30] et présentent un coefficient de dilatation thermique relativement élevé. Cette résine ne sera donc pas être utilisée pour notre application car nous devons déposer des plans conducteurs en cuivre.

### **2.6.2 BCB : BenzoCycloButène commercialisée**

Cette résine est un polymère utilisé pour des applications en microélectronique et en hyperfréquences. Il existe deux types de BCB commercialisé : à gravure sèche (série 3000) et photosensible (série 4000). Elle présente une permittivité autour de 2.5-2.6, une tangente de pertes de 0.0008-0.002, et de faibles températures de polymérisation <250°C. Ces résines permettent le dépôt des couches de plusieurs épaisseurs selon la série de la résine utilisée. Afin de réduire les pertes induites par la faible résistivité du silicium et de favoriser son utilisation pour des applications micro-ondes et millimétriques, des épaisseurs entre 5.5  $\mu\text{m}$  et 10.5  $\mu\text{m}$  de BCB ont été utilisées dans différents travaux [31], [32].

### **2.6.3 LCP : Liquid Crystal Polymer**

Cette résine présente les avantages de résistance thermique, résistance chimique et d'excellente moulabilité dans des sections fines. Le polymère à cristaux liquides présente une structure très ordonnée. Ils peuvent remplacer les matériaux comme la céramique, les métaux, composites et plastiques en raison de sa résistance exceptionnelle aux températures extrêmes et de la résistance pratiquement à tous les produits chimiques, aux intempéries, au rayonnement et à la gravure. La limitation est le coût élevé de ce type de résine.

### **2.6.4 SU-8**

La SU-8 de la société MicroChem est une résine permanente de type Epoxy photosensible négative et couramment utilisée dans la fabrication de micro-systèmes. Elle était initialement développée et brevetée par IBM. Il s'agit d'un polymère très visqueux ayant une faible absorption optique dans la bande UV, qui peut être tourné ou étalé sur une épaisseur allant de 1 micromètre à 2 millimètres. Elle est utilisée pour réaliser des motifs de structures à rapport d'aspect élevé pour des applications variées, comme les structures ou supports pour des microstructures et matériaux de base pour moulage et emballage...etc. Son pic d'absorption est dans l'ultraviolet, pour une longueur d'onde de 365 nm. Lorsqu'elle est exposée, les longues chaînes moléculaires de la résine SU-8 réticulent, ce qui la solidifie. Ses avantages résident dans les qualités structurelles : faible rugosité, bonne résistance chimique et mécanique, parois abruptes, fort rapport d'aspect, une excellente adhésion sur la plupart des substrats, et une bonne isolation électrique et thermique.

La photo-résine SU-8 est composée de trois principaux ingrédients :

- La résine EPON SU-8 disponible sous forme de granulés et fabriquée par Shell Chemical, est constituée d'un prépolymère époxyde comprenant 8 cycles  $\text{CH}_2\text{-O-CH}$  par molécule.
- Le solvant cyclopentanone qui permet de dissoudre la résine et d'ajuster des formulations.
- Le photoamorceur, pour amorcer la réaction de polymérisation cationique de la résine et sa transformation en réseau 3D.

Une fois déposée, la couche de résine suit un cycle de polymérisation dont le but est de réticuler et durcir la résine époxyde. A l'état final, on obtient un réseau époxyde dense. En raison de ses propriétés et de sa facilité d'utilisation, nous avons choisi cette résine pour la fabrication du matériau magnétique composite qui sera intégré dans le circulateur coplanaire.

## **2.7 Techniques de dépôt en couches minces**

L'élaboration de couches permet de déposer une couche d'épaisseur comprise entre quelques nanomètres et quelques micromètres. Plusieurs techniques ont été développées pour le dépôt de couches minces sur un substrat donné. Le choix de la technique dépend des caractéristiques du substrat tel que sa géométrie ou sa taille et de l'épaisseur recherchée de la couche déposée.

La procédure de dépôt est résumée par l'organigramme suivant :

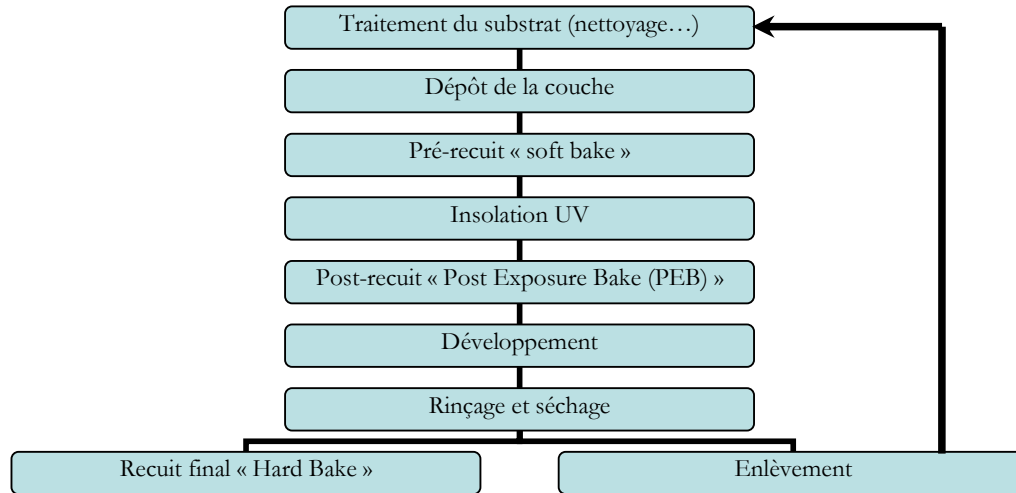


Figure 2.20: Les processus de dépôt de couche composite

### 2.7.1 Étalement « Spin coating »

La technique « spin-coating » [33] consiste à réaliser une couche mince à partir d'une solution déposée en excès sur le substrat. Le « spin coating » est largement utilisé dans la microfabrication permettant la réalisation de couches minces d'épaisseurs inférieures à 10 nm (résine utilisée pour la photolithographie par exemple). C'est la technique utilisée durant ce travail de thèse. Cette réalisation passe par plusieurs phases :

- Le dépôt de la solution sur le substrat
- L'accélération : c'est le début de la rotation de la tournette sur laquelle est déposé le substrat, cette phase provoque l'écoulement du liquide ou de la solution vers l'extérieur du substrat
- La vitesse de rotation uniforme : cette étape permet la diminution de l'épaisseur de la couche de façon uniforme en éjectant l'excès de la solution sous forme de gouttelettes
- L'évaporation : durant cette étape, le substrat tourne toujours à une vitesse constante ce qui assure l'évaporation des solvants les plus volatils et diminue l'épaisseur du film déposé.

Ces paramètres, ainsi que le temps de rotation et le volume de résine utilisée permettent de maîtriser l'épaisseur de la couche. Ils sont en général donnés par le constructeur, comme le montre la Figure 2.21, pour les deux familles de résine permettant le dépôt des couches de faibles épaisseurs (2005-2015) et de plus fortes épaisseurs (2100-2150) [34]. L'expérimentateur a donc le choix entre ces diverses formulations pour obtenir des couches minces d'épaisseur contrôlée. Ces diverses

formulations diffèrent principalement entre elles par la concentration en résine EPON SU-8 et par conséquent par leur viscosité.

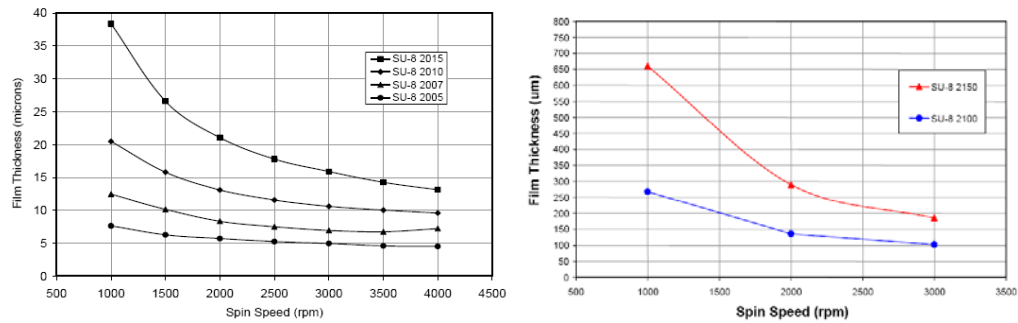


Figure 2.21: Epaisseur de la couche déposée en fonction de la vitesse de la tournette [34]

Le principe de dépôt de couche par la technique de centrifugation est illustré sur la Figure 2.22:

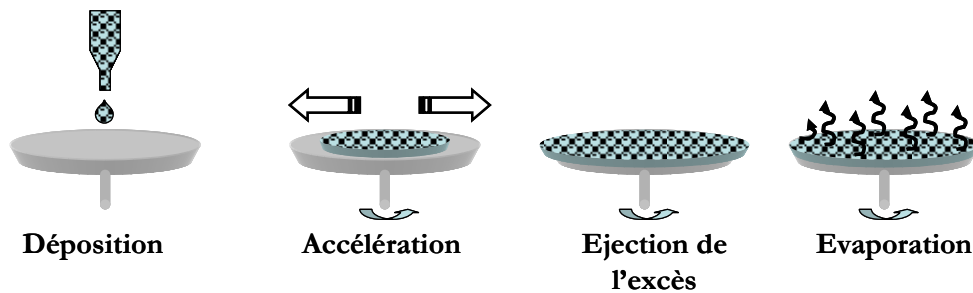


Figure 2.22: Les quatre étapes de dépôt de couche par la technique « spin-coating »

Ensuite des étapes de recuit sur une plaquette chauffante appelées « post-recuit » sont nécessaires. L'épaisseur de la couche déposée est alors conditionnée par les différents paramètres : la viscosité de la solution, l'accélération, et la vitesse de la rotation.

### 2.7.2 Trempe-retrait « Dip Coating »

Cette technique est facile à mettre en œuvre (cf. Figure 2.23). Elle consiste à immerger le substrat dans la solution préparée pour le dépôt et le maintenir plusieurs secondes à l'arrêt afin d'assurer la stabilisation de la surface de la solution. Ensuite, on le retire dans des conditions contrôlées et stable pour obtenir une couche d'épaisseur régulière. Lors du retrait, le liquide s'écoule sur le substrat et à la fin de cet écoulement, le substrat est recouvert d'une couche uniforme.

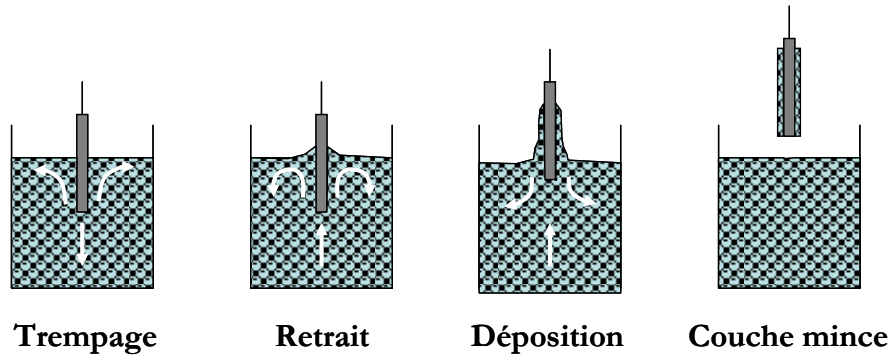


Figure 2.23: Les différentes étapes de dépôt de couche par la technique « dip-coating »

### 2.7.3 Dépôt sous champ magnétique

Pendant le dépôt du matériau magnétique composite, l'orientation des nanoparticules à l'intérieur de la solution est indispensable pour notre application. On proposera ici quelques méthodes pour le faire. Dans la partie expérimentale on présentera la méthode appliquée durant ce travail de thèse.

Dans le cas des couches déposées par la technique « dip coating » décrite ci-haut, on couple le dispositif « dip coating » avec un électro-aimant pour pouvoir orienter les nanoparticules au sein de la matrice. L'orientation du champ peut être soit parallèle au plan du substrat soit perpendiculaire. L'orientation exigée pour notre application est perpendiculaire (cf. Figure 2.24).

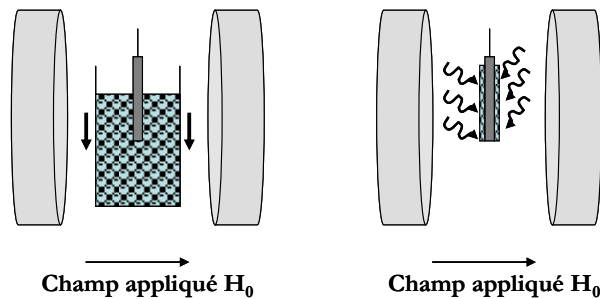


Figure 2.24: Dispositif « Dip coating » sous champ perpendiculaire au plan de l'échantillon

Pour la technique de « spin coating », l'application d'un champ magnétique externe est un peu plus difficile, car la tournette n'est pas toujours un dispositif de taille réduite et facile à bouger ou à déplacer. Cela est possible en intégrant un aimant dans le dispositif même comme le montre la Figure 2.25. L'aimant utilisé dépend de l'orientation (uniaxiale perpendiculaire ou parallèle au plan de la tournette) et de l'intensité voulue du champ externe. L'intégration d'un aimant à la tournette n'est pas très aisée et pas sans risque d'endommagement du dispositif. Pour cette raison que



nous n'appliquons pas de champ externe pendant la phase d'étalement mais dans les étapes postérieures (cf. Chapitre 4).

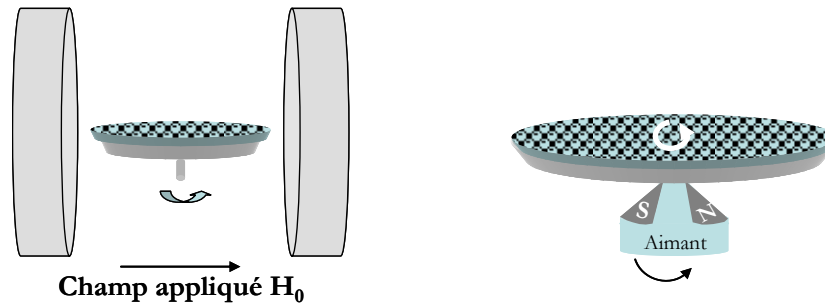


Figure 2.25: Dispositif « Spin coating » sous champ parallèle au plan de l'échantillon

#### 2.7.4 Traitement des couches minces

La transformation de la résine liquide en un réseau solide peut être réalisée, de manière générale, par apport d'une énergie thermique, photonique ou catalytique. Les traitements thermiques constituent des étapes de recuit. Le recuit a pour rôle d'éliminer par évaporation les solvants piégés dans le film. Il assure aussi l'homogénéité de la surface. Cela se fait dans une étuve ou sur une plaque chauffante.

Le traitement photonique ou la photo-polymérisation est réalisé par illumination à une lumière ultraviolette UV qui permet la formation du réseau organique au sein de la matrice. Pour réaliser le traitement UV, on utilise des lampes UV ayant des longueurs d'onde précises assurant selon leurs puissances un traitement dur ou doux. La photo-polymérisation agit suivant le type de résine utilisée :

- **Résines positives** : le rayonnement UV entraîne une rupture des macromolécules d'où une solubilité des zones exposées dans le révélateur. On a alors une image positive du masque sur la résine.

- **Résines négatives** : le rayonnement UV entraîne une polymérisation des zones exposées et assure alors une tenue particulière au solvant de révélation. Une image inversée du masque est alors formée sur le substrat.

## 2.8 Expérimentation : manipulation des constituants du matériau composite

Cette partie a pour objectif de décrire le travail expérimental réalisé pour obtenir une couche homogène de matériau magnétique composite. Nous présenterons la résine utilisée, la matrice hôte, et la synthèse des nanoparticules magnétiques qui seront insérées dans cette matrice.

Le processus de dépôt de couche composite est celui présenté dans la Figure 2.20. On commence toujours par des étapes de nettoyage essentielles. Les substrats à couvrir doivent être propres, sans impuretés organiques ou autres contaminations. Une surface très propre est importante pour garantir une bonne adhérence entre le substrat et le composite (ou résine en général). La résine utilisée durant ce travail de thèse ainsi que les nanoparticules magnétiques et les étapes technologiques sont détaillées dans la suite.

### **2.8.1 Résine SU-8 2000**

La série SU-8 2000 est disponible sous forme de douze viscosités permettant de déposer des couches d'épaisseur allant de 0.5 à >200  $\mu\text{m}$  en une seule procédure de dépôt [34]. Dans ce travail de thèse, nous avons exploité les deux types de résine la SU-8 2100 permettant le dépôt des couches de 100  $\mu\text{m}$  et la SU-8 2015 qui permet le dépôt des couches d'épaisseur maximale de 40  $\mu\text{m}$ .

Il a été démontré que la résine SU-8 est très sensible aux variations du processus expérimental utilisé. Les analyses montrent que l'interaction entre la dose d'exposition et le recuit post exposition jouent un rôle important dans l'adhérence de la résine SU-8 sur le substrat [35]. Ses propriétés dépendent des conditions d'utilisation : durées et températures de recuit et la dose d'irradiation [36]. Quatre variables interviennent : durée de recuit doux (soft-bake), durée d'exposition, durée de recuit post-exposition (post-exposure bake PEB), et temps de développement.

L'adhérence de cette résine avec le substrat ainsi qu'avec des polymères a été étudiée, par exemple, l'adhérence entre la SU-8 et le Cu [37] et celle entre la SU-8 et l'Au [38]. L'utilisation des promoteurs d'adhérence est l'une des solutions proposées.

Dans le travail présenté dans la suite, on utilise les substrats d'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  circulaires de diamètre de deux pouces et d'épaisseur 635  $\mu\text{m}$ , ainsi que des substrats circulaires plus petits d'un pouce de diamètre et 500  $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

#### ***2.8.1.1 Étapes technologiques***

En salle blanche et en utilisant la technique de spin-coating, nous avons manipulé principalement la résine SU-8 2015. Nous présentons les principaux paramètres de dépôt :

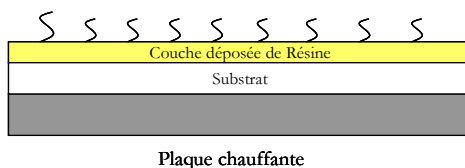
- Les paramètres de la tournette : sont donnés par la société MicroChem mais malgré cela, ces paramètres sont susceptibles d'être modifiés selon les équipements et les dispositifs utilisés. Ces paramètres changent évidemment selon la viscosité de la résine utilisée et l'épaisseur souhaitée. Deux phases de tournette sont nécessaires pour la dispersion et l'homogénéisation de la surface. La première a des paramètres plutôt

fixes pour les différentes résines : une vitesse de rotation de 500 rpm pendant une durée de 10 s avec une accélération de 100 rpm/s. Notre but est d'avoir une couche autour de 100  $\mu\text{m}$  environ. Les paramètres adéquats de la deuxième phase sont décrits dans le tableau suivant selon la résine utilisée :

Résine	Vitesse de rotation	Durée	Accélération	Épaisseur
SU-8 2015	1000 rpm	30 s	300 rpm/s	40 $\mu\text{m}$

**Tableau 2.2: Paramètres de la tournette pour les deux résines 2015**

- Pré-recuit « Soft Bake »: Ce premier traitement thermique permet une évaporation partielle des solvants contenus dans les formulations de SU-8 photosensible. Une plaque chauffante ayant une bonne uniformité thermique est recommandée durant cette phase de pré-recuit. En effet, quand on exploite le four à convection pour ce recuit, une couche densifiée peut se former sur la surface de la résine qui provoque un séchage incomplet de la couche et rend difficile l'évaporation des solvants. La température généralement utilisée pendant cette étape est voisine de 90-95 °C et le temps de recuit est adapté à l'épaisseur du dépôt de résine.



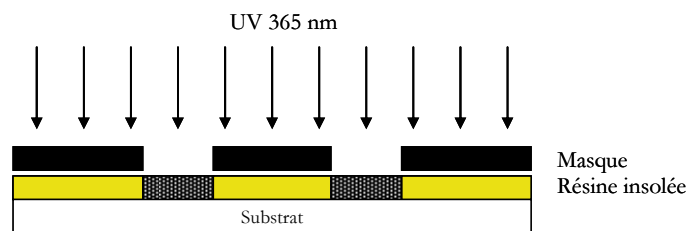
**Figure 2.26: Pré-recuit « Soft Bake »**

L'homogénéité de l'épaisseur de la couche de résine solide dépend de la qualité de la couche déposée ainsi que de l'horizontalité des plaques chauffantes. On n'évaporera pas la totalité des solvants, sinon la couche perd sa souplesse et devient cassante. Pour les couches épaisses, il est préférable de procéder par paliers de température.

Résine SU-8	Épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	Température (°C)	Durée (min)
SU-8 2015	40	95	4 - 5

**Tableau 2.3: Durées et températures de pré-recuit**

- Insolation : La réaction de durcissement de la résine SU-8 est réalisée pendant cette phase. Il s'agit d'exposer le film déposé à la lumière UV. Après une exposition optimale, une image latente sera visible durant les premières 5 à 15 secondes après le PEB (un deuxième recuit de durcissement) et pas avant. Cela est relié au temps d'irradiation ainsi qu'à l'intensité de la lumière UV (à la longueur d'onde de 365 nm).



**Figure 2.27: La phase d'insolation du film SU-8**

Une surexposition entraîne une dégradation chimique de la résine, alors qu'une sous-exposition est défavorable à l'adhésion des films, la pénétration du rayonnement étant incomplète. Un compromis doit être trouvé pour avoir une exposition optimale.

- Recuit de durcissement PEB « Post Exposure Bake » : Ce deuxième traitement thermique permet le durcissement de la résine. Cela doit avoir lieu directement après le développement. Cette phase a pour rôle de densifier le réseau et d'avoir une meilleure adhérence du film sur le substrat. Si une image latente n'est pas visible durant ou après ce recuit, cela veut dire que l'insolation et/ou le recuit n'était pas suffisant.

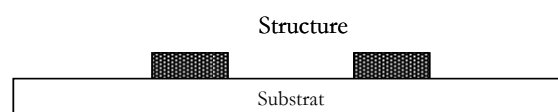
Résine SU-8	Épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	Température ( $^{\circ}\text{C}$ )	Durée (min)
SU-8 2015	40	95	5 - 6

**Tableau 2.4: Températures et durées de PEB**

- Développement : le développement assure la révélation des structures sur la couche déposée et insolée. La dissolution de la résine SU-8 est réalisée dans un solvant adéquat, accompagnée d'une agitation légère ou forte selon l'épaisseur à température ambiante. Après cela, les structures subissent un rinçage à l'eau.

Résine SU-8	Épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	Durée (min)
SU-8 2015	40	4 - 5

**Tableau 2.5: Durées de développement**



**Figure 2.28: Structure obtenue après le développement**

- Post recuit de fin de durcissement HB « Hard Bake » : la famille SU-8 2000 a de bonnes propriétés mécaniques. Cependant, pour des applications où l'image de la résine constituera une partie du composant final, un post recuit HB peut être ajouté à la

procédure. Cela est conseillé en général quand le composant final va être soumis à d'autres contraintes thermiques durant son opération régulière. Un durcissement final est ajouté afin de s'assurer que les propriétés de la SU-8 ne seront pas être modifiées. On recommande d'utiliser une température de recuit final supérieure de 10 °C à la température maximale attendue à laquelle ce composant va opérer. Typiquement une température de recuit peut aller de 150 °C à 250 °C et pour une durée de 5 à 30 minutes.

### **2.8.1.2 Couches de SU-8**

Des expérimentations ont été réalisées sur la résine non dopée. Une fois le processus de dépôt contrôlé, les nanoparticules y seront ajoutées pour réaliser les couches nanocomposites. Deux techniques ont été utilisées durant les différentes expérimentations : « spin coating » et « dip coating » décrites précédemment en servant des deux types de résines SU-8 2100 et 2015.

Le dip coating a été utilisé sur la résine SU-8 en parallèle avec la technique de spin coating. Le but est d'arriver à déposer une couche homogène de résine de manière reproductible, afin de pouvoir introduire les nanoparticules plus facilement.

Quelques essais ont été réalisés avec la résine 2100 la plus visqueuse : de grandes épaisseurs ont été obtenues (~200 µm) avec une surface inhomogène. Plusieurs paramètres ont été étudiés: la vitesse d'immersion et de retrait, le pourcentage de dilution de la résine... pour avoir une épaisseur entre 50 et 100 µm. Les couches obtenues présentent des surfaces inhomogènes et des défauts visibles. Nous nous contentons de présenter ces principales informations de nos essais car nous avons eu de grandes difficultés à manipuler cette résine avec les deux techniques. Nous avons préféré utiliser la résine SU-8 2015 qui est moins visqueuse et déjà utilisée en microélectronique au laboratoire LT2C. Le problème majeur de la technique de dip coating est que, pour déposer une couche, une grande quantité de résine est nécessaire et une grande quantité de particules magnétiques sera nécessaire pour les couches dopées. La viscosité de la résine rend difficile l'emploi du dip coater.

En utilisant la technique de spin coating, et en suivant les étapes technologiques données ci-haut, il n'a pas été facile d'avoir une surface homogène; des défauts de surface sont visibles à l'œil nu surtout durant la phase de recuit (bulles, rétrécissement, épaisseurs variables...). Les longues séances en salle blanche ont permis l'étude de plusieurs paramètres :

- Chauffer la résine à température ambiante
- Utilisation ou non du promoteur

- Modification des paramètres de la tournette en augmentant la vitesse et l'accélération
- Temps de relaxation de la couche déposée à l'aide de la tournette
- Modification de la rampe de la température du recuit pour le passage de 65 à 95 °C
- Quantité (volume) et manière de déposer la résine sur le substrat avant de lancer la tournette (3 ml pour 2 pouces/ 1.5 ml pour 1 pouce)
- Dépôt de multicouches de SU-8

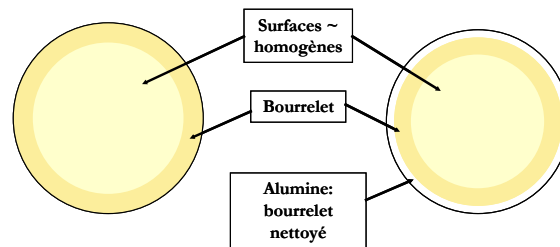


Figure 2.29 : Bourrelet aperçu après le dépôt des couches de SU-8 2015

Nous avons rencontré plusieurs problèmes avant de pouvoir obtenir une couche homogène :

- Des défauts sur la surface (bulles, surfaces non couvertes de résine...)
- Un gros bourrelet à la périphérie ce qui peut être gênant pour l'insolation avec un masque photolithographique dans la suite. Nous avons pu éliminer ce défaut par un ponçage et un polissage de la couche (cf. Figure 2.30 et Figure 2.31).

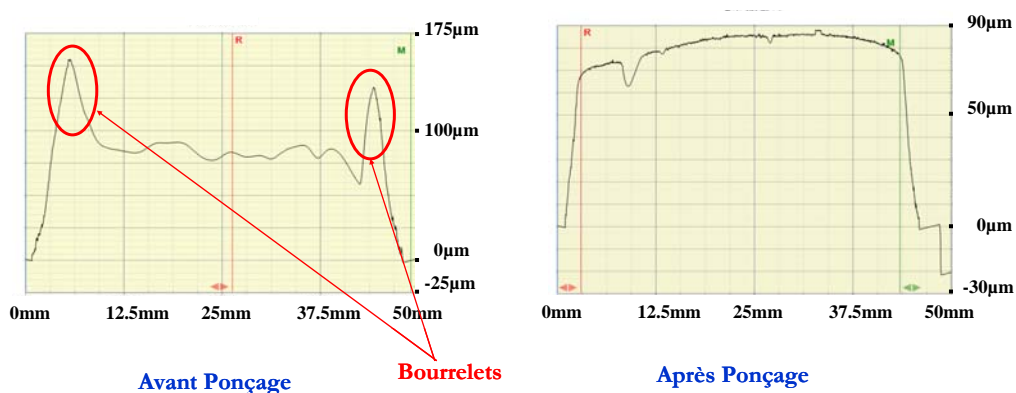


Figure 2.30 : Bourrelet aperçu avant ponçage et éliminé après ponçage

Un polissage avec des machines appropriées en département de géologie nous permet d'avoir un meilleur état de surface (cf. Figure 2.31)

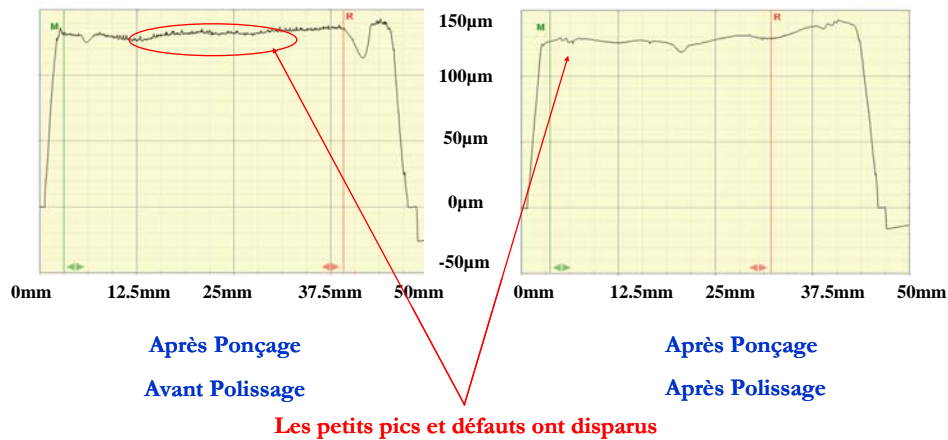


Figure 2.31 : Les petits défauts éliminés après polissage

Nous résumons les étapes de dépôt d'une couche de résine en salle blanche dans la Figure 2.32, le cycle recommence pour faire un échantillon multicouche. Deux à trois couches ont permis d'avoir une épaisseur totale voisine de 100  $\mu\text{m}$ .

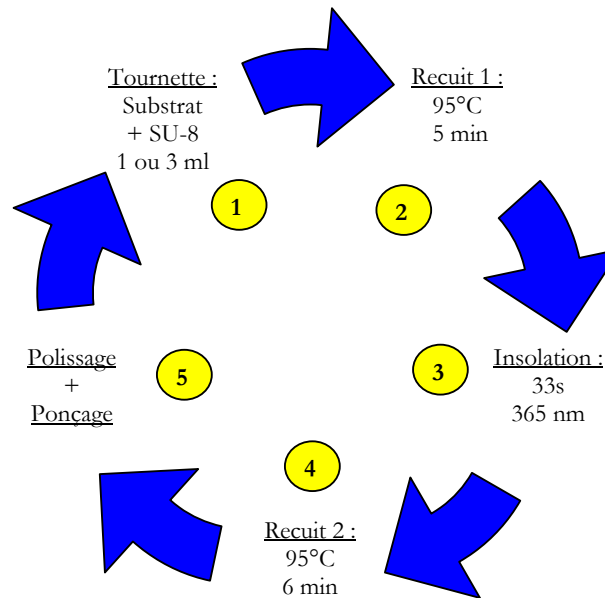


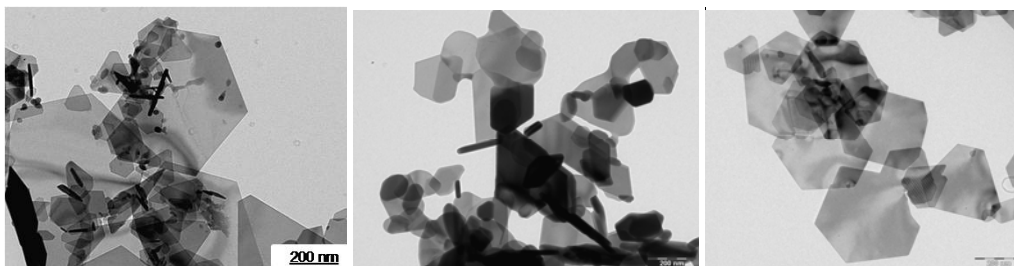
Figure 2.32 : Cycle de dépôt d'une couche de résine

### 2.8.2 Nanoparticules d'Hexaferrite de Baryum

Les nanoparticules d'hexaferrite de baryum employées dans ce travail ont été élaborées au laboratoire PECSA-CNRS/UPMC/ESPCI de Paris. La synthèse a été faite par une procédure de coprécipitation en mélangeant les poudres de fer et d'hydroxyde de baryum. La réaction chimique s'écrit :



Le traitement autoclave à 200°C se fait pendant cinq jours avec une pression autogène suivi par un lavage H<sub>2</sub>O plusieurs fois et séchage à l'air. Cela est suivi par un traitement thermique à 800°C pendant huit heures. Cette synthèse fournit une poudre relativement poly dispersée avec des particules en forme de plaquettes hexagonales de taille moyenne 200 nm.



**Figure 2.33: Nanoparticules d'hexaferrite de Baryum**

Ces particules ont été utilisées dans notre travail avec un autre lot de particules qui étaient synthétisées suivant la même procédure mais avec une étape de recuit à 900°C supplémentaire pour améliorer les propriétés magnétiques (voir paragraphe 2.8.2.1).

La caractérisation MET (Microscopie Electronique à Transmission) montre la forme de ces particules (cf. Figure 2.33). La diffraction Rayons-X de la poudre réalisée sur le diffractomètre SIEMENS montre la structure magnétoplumbite (cf. Figure 2.34). Cela est cohérent avec d'autres travaux d'élaboration de ce type de particules [39].

### ***2.8.2.1 Caractérisation magnétiques des nanoparticules***

Plusieurs lots de nanoparticules d'hexaferrite ont été synthétisés par Sophie Neveu du laboratoire PECSA – Paris. Il était essentiel de déterminer leurs propriétés magnétiques et d'étudier les effets du champ magnétique sur ces matériaux pour retenir ceux qui ont les meilleures propriétés magnétiques par des mesures effectuées par Alice Ruckly et Xavier Chaud au sein du laboratoire CRETA – Grenoble [40]. On utilise une suspension de particules libres de s'orienter sous champ magnétique et pouvant ensuite être figées dans la microstructure.

Parmi les plusieurs lots de nanoparticules, nous présentons deux types majeurs de poudre : la poudre de nanoparticules d'hexaferrite de baryum -S364- et la poudre d'hexaferrite de baryum recuite à 900°C -S365-.



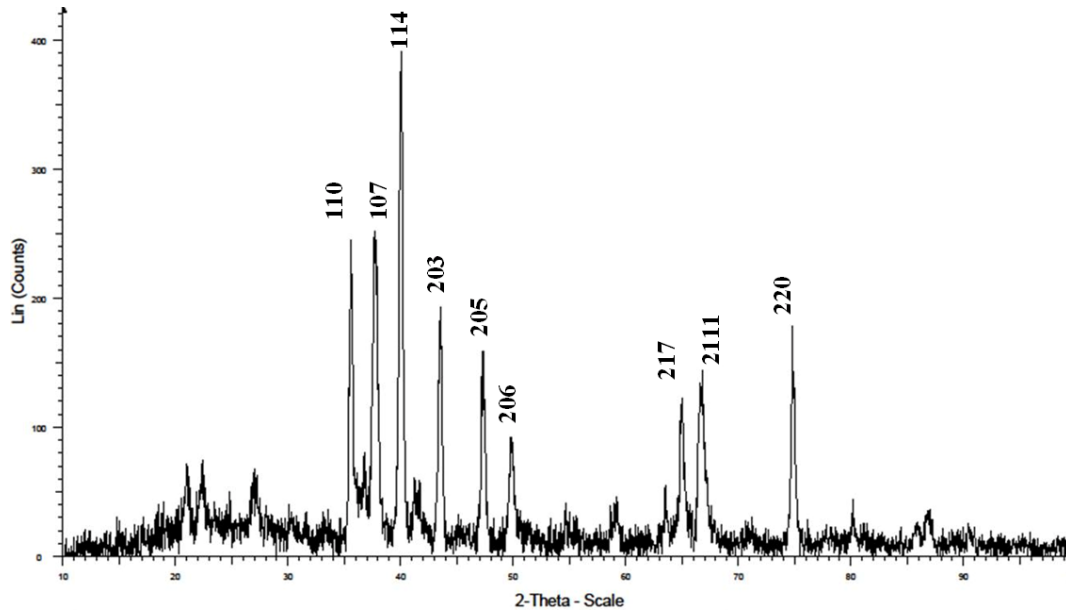


Figure 2.34: Diffraction rayons-X des particules d'hexaferrite de baryum

#### Préparation des échantillons et orientation sous champ magnétique :

Nous utilisons une matrice dans laquelle on introduit la poudre, puis nous appliquons un champ magnétique pour orienter les nanoparticules et ensuite nous figeons cette matrice dopée afin de réaliser les mesures. La poudre d'hexaferrite de baryum a été mélangée avec de l'araldite (matrice) et a été mise dans un moule pour fabriquer des sphères. Les mélanges ont les proportions suivantes :

- Sphère S364 (poudre non recuite) : 3.6% d'hexaferrite de baryum (S364) et 96.4% d'araldite
- Sphère S365 (poudre recuite) : 2.55% d'hexaferrite de baryum recuite (S365) et 97.45% d'araldite.

La forme sphérique a été choisie car le champ démagnétisant est connu et il est facile d'en déduire le champ magnétique interne global :  $\vec{H}_d = -\frac{1}{3}\vec{M}$ . Le champ magnétique interne est supposé homogène à l'intérieur de la sphère (ce qui n'est pas vrai).

Le moule est ensuite placé dans une bobine Cryogenic avec un champ de 1 T pendant la durée de séchage (environ 10 heures) afin d'orienter les nanoparticules qui ont une taille de l'ordre de 200-300 nm.

### **Mesures Magnétiques :**

On a mesuré l'aimantation à saturation des nanoparticules d'hexaferrite de baryum S364 et S365 à l'aide de la balance Faraday en traçant les graphiques  $M=f(\mu_0H)$  qui décrivent les caractéristiques magnétiques de ces matériaux. Deux manipulations sur chacune des sphères étaient nécessaires : une dans le sens de l'aimantation et l'autre perpendiculaire au plan de l'aimantation pour vérifier l'orientation du matériau dans l'axe de facile aimantation.

Les mesures magnétiques effectuées sur l'échantillon S364 montrent que l'aimantation à saturation vaut  $12.13 \pm 0.08$  emu/g soit 80 mT à température ambiante (22 °C). Quand on applique un champ dans la même direction du champ d'orientation, l'aimantation à saturation est atteinte plus rapidement. Dans la direction contraire, le matériau atteint la saturation de manière plus lente.

L'échantillon S365 est formé de nanoparticules d'hexaferrite de baryum recuites à 900 °C. Les mesures sur la sphère de S365 sont effectuées de la même manière que précédemment. Cependant il a été difficile d'exploiter ces mesures et de vérifier si les particules étaient bien orientées dans la sphère. Il est très probable que de gros agglomérats se sont formés et ont rendu difficile l'exploitation de ces premières mesures.

### **Cycle d'hystérésis :**

Pour représenter les cycles d'hystérésis des deux échantillons avec les deux types de poudre orientés aléatoirement, nous avons utilisé le « BS2 » du laboratoire CRETA, qui est un dispositif permettant de mesurer l'aimantation en fonction de l'induction magnétique. On fait varier l'induction magnétique de 0 à 3 T par un pas de 0.01 T pour tracer le cycle d'hystérésis de notre matériau à une température de 270 K (-3 °C).

La Figure 2.35 montre que l'aimantation à saturation de la poudre non recuite S364 vaut 108.8 mT (ligne en bleu). Les hexaferrites de baryum ayant une valeur d'aimantation à saturation en moyenne de 480 mT, la valeur mesurée est relativement faible. Il n'en est pas de même pour les particules recuites ; l'aimantation à saturation du deuxième échantillon S365 (pointillé en rouge) est de 470 mT et son champ coercitif vaut 25 kA/m.

### **Diffraction des rayons X (DRX) :**

La diffraction des rayons X des deux échantillons S364 et S365 montre que les poudres sont biphasées. La présence d'hexaferrite de baryum  $BaFe_{12}O_{19}$  ainsi que de l'oxyde de fer  $Fe_2O_3$  avec des proportions différentes a été observée. Cela explique la différence des deux cycles d'hystérésis présentés précédemment. Le traitement

thermique à 800 - 900 °C agit sur les composants de la poudre favorisant les propriétés magnétiques des nanoparticules d'hexaferrite de baryum.

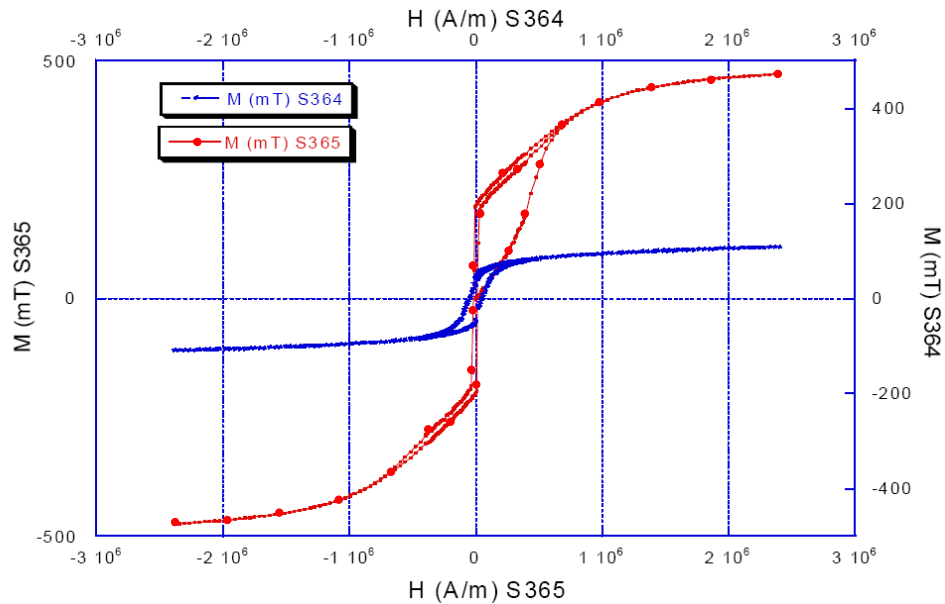


Figure 2.35: Les cycles d'hystérésis de deux échantillons S364 et S365

### 2.8.2.2 Synthèse de particules surfactées

Après les différents essais réalisés (voir paragraphes ultérieurs) dans le but d'avoir un mélange homogène de nanoparticules et de résine, nous nous sommes rendus compte qu'il s'agit d'un problème de miscibilité ; d'où l'idée de surfacter les nanoparticules. Nous introduisons alors la synthèse des nanoparticules surfactées, ce type de nanoparticules sera celui utilisé dans la suite.

Les particules obtenues à l'issue du traitement thermique à 800 °C (cf. paragraphe 2.8.2) sont dispersées dans une solution d'acide nitrique (HNO<sub>3</sub>, 2 mol/L) afin d'activer la surface. Les particules deviennent chargées en surface (charges positives, avec des contre-ions NO<sub>3</sub><sup>-</sup>). On ajoute ensuite un tensio-actif (BNE dans notre cas) également appelé surfactant constitué d'une tête polaire négative et d'une queue apolaire. La tête polaire s'accroche à la surface des particules. On obtient ainsi des particules entourées d'un tapis de surfactant qui sont hydrophobes. Il est donc possible de les disperser dans un solvant organique. Lorsque les particules ne sont pas trop grosses (ce qui n'est pas le cas avec le ferrite de baryum), on obtient ainsi un ferrofluide organique (particules dispersées dans un solvant organique). En raison de leur taille importante, les particules de ferrite de baryum décantent.

Comme notre résine SU-8 a une nature organique, avec cette synthèse on rend les nanoparticules d'hexaferrite de baryum surfactées compatibles avec la matrice où elles seront insérées.

## 2.9 Couches nanocomposites

Notre but est de concevoir un circulateur coplanaire à base d'un matériau magnétique composite fonctionnant en hautes fréquences. Pour faire ceci, il était important de s'assurer d'abord de la possibilité d'avoir ce matériau magnétique composite avec des performances adaptées.

### 2.9.1 Caractérisation hyperfréquence

#### 2.9.1.1 Méthode employée au LT2C

Au laboratoire LT2C nous utilisons une méthode de modélisation électromagnétique des lignes coplanaires non réciproques basée sur une méthode de moments dans le domaine spectral (SDA) [41][42]. La structure (ou cellule) étudiée est une ligne coplanaire avec un plan conducteur déposé au-dessus du matériau magnétique (cf. Figure 2.36). Cet outil permettra de modéliser la cellule de mesure tout en intégrant notre modèle comportemental du matériau composite. Cette méthode permet aussi d'extraire les valeurs des composantes  $\mu_{eff}$  et  $\varepsilon_{eff}$  du tenseur de perméabilité à partir des paramètres S mesurés. Elle a été optimisée par l'utilisation de réseaux de neurones [43].

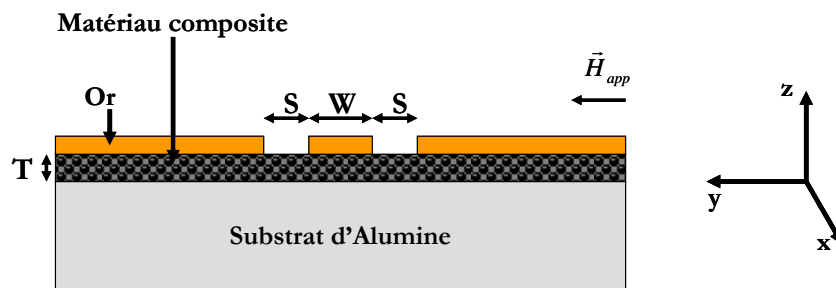


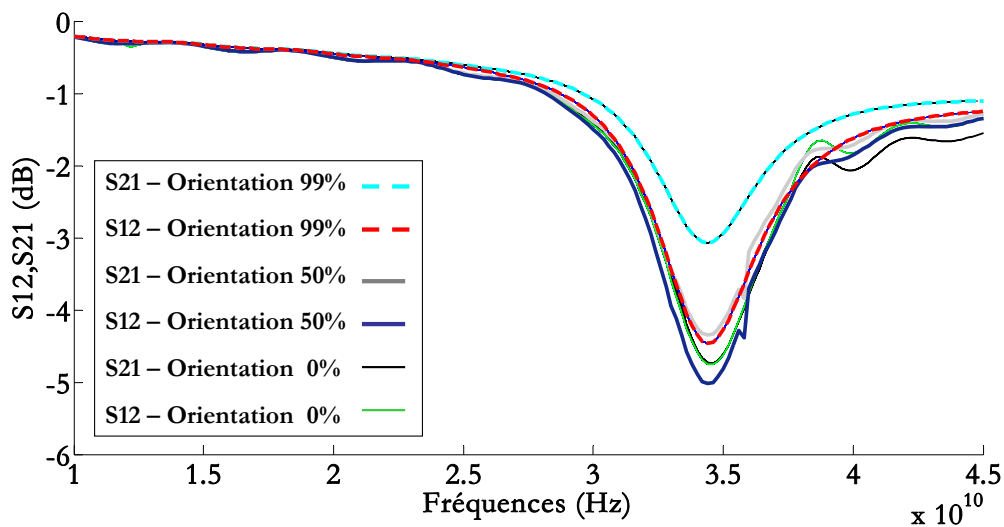
Figure 2.36 : Configuration de la ligne coplanaire avec matériau magnétique composite simulée avec l'outil SDA

Le matériau magnétique est sous sa forme composite. Sa modélisation se fait en utilisant le modèle comportemental développé dans cette thèse (cf. paragraphe 2.5). Nous traçons les courbes des paramètres S en fonction de l'orientation du matériau composite et en fonction d'un champ externe appliqué. Les paramètres de simulation sont les suivants :

- $W=250 \mu\text{m}$  : largeur de la ligne conductrice centrale
- $S=100 \mu\text{m}$  : fente entre la ligne conductrice et le plan de masse
- $T=15 \mu\text{m}$  : épaisseur du matériau magnétique
- $L=15 \text{ mm}$  : longueur de la ligne coplanaire

### 2.9.1.1.1 Effets non réciproques en fonction de l'orientation :

Les paramètres de transmission des lignes coplanaires sont tracés (cf. Figure 2.37). Ceux-ci montrent la non réciprocity de ces lignes avec un matériau composite concentré à 15 % en particules magnétiques non orienté, orienté à 50 % et saturé.

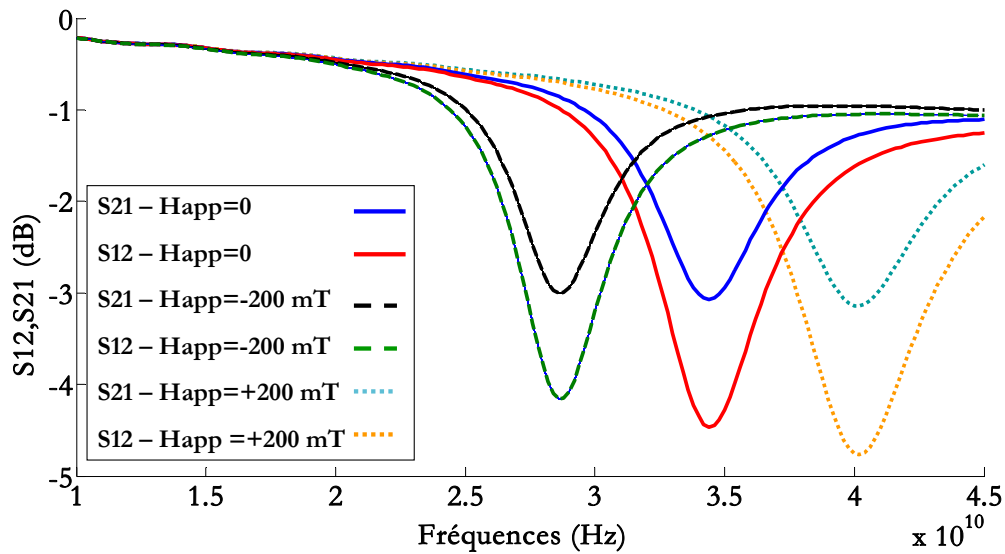


**Figure 2.37 : Non réciprocity des lignes coplanaires avec des matériaux composites saturés, semi-orientés et non orientés**

Pour un matériau composite non orienté, la ligne est réciproque. Elle devient non réciproque avec l'orientation ; les effets non réciproques à 34.4 GHz s'élèvent à 0.671 dB et à 1.39 dB pour une orientation de 50 et de 100 % respectivement (cf. Figure 2.37).

### 2.9.1.1.2 Application d'un champ externe sur un matériau « orienté » :

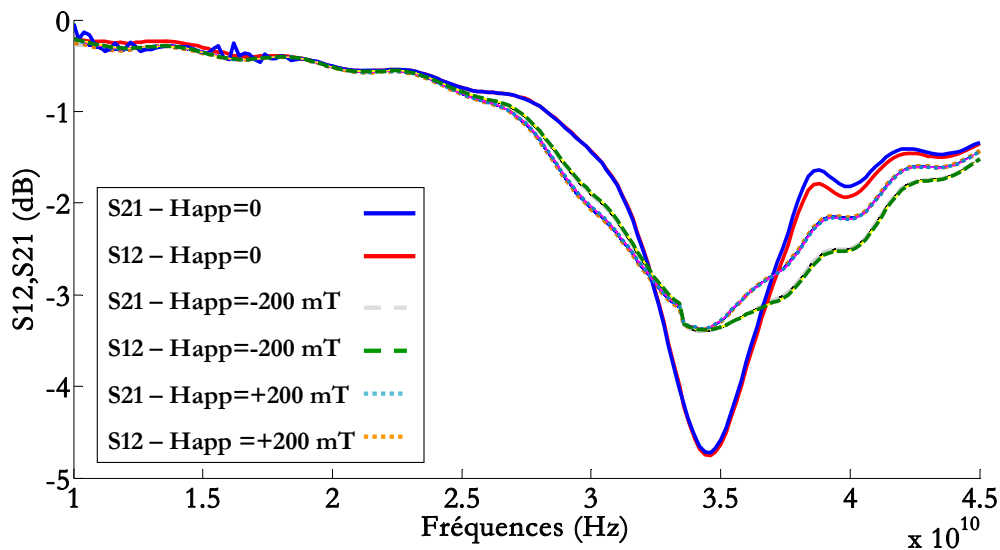
Nous considérons le cas d'un matériau composite avec une proportion volumique de 15 % et saturé (orientation à 100 %). Un champ externe est appliqué après l'élaboration (durant la caractérisation hyperfréquence).



**Figure 2.38 : Non réciprocity des lignes coplanaires ayant un matériau saturé en fonction d'un champ appliqué**

Sans un champ appliqué, une non réciprocity de 1.394 dB est observée à 34.4 GHz. Avec un champ positif appliqué, la résonance est décalée à 40.2 GHz avec des effets non réciproques de 1.625 dB. De la même manière, lorsqu'on applique un champ négatif, la fréquence de résonance devient 28.6 GHz avec une non réciprocity de 1.153 dB (cf. Figure 2.38).

### 2.9.1.1.3 Application d'un champ externe sur un matériau « non orienté » :



**Figure 2.39 : Non réciprocity des lignes coplanaires ayant un matériau non orienté en fonction d'un champ appliqué**

Pour un matériau composite non orienté à l'élaboration, des effets non réciproques ne sont pas visibles. La fréquence de résonance est 34.6 GHz (cf. Figure 2.39). L'application d'un champ externe n'a aucune influence sur la fréquence de résonance et les effets non réciproques, mais provoque un élargissement du pic de perte ( $S_{21}/S_{12}$ ). Ceci est cohérent avec les valeurs de  $\mu$  et  $\kappa$  du modèle.

#### 2.9.1.1.4 Application d'un champ externe sur un matériau « semi-orienté » :

Pour un matériau composite semi-orienté, nous observons la variation de la fréquence de résonance avec le champ appliqué. Sans champ appliqué et à 34.4 GHz, nous obtenons une non réciprocity de 0.631 dB. Un champ de 200 mT fait augmenter la fréquence de résonance à 38.6 GHz avec des effets non réciproques de 0.772 dB. L'application d'un champ négatif déplace la fréquence de résonance à 31 GHz avec des effets non réciproques de 0.375 dB (cf. Figure 2.40).

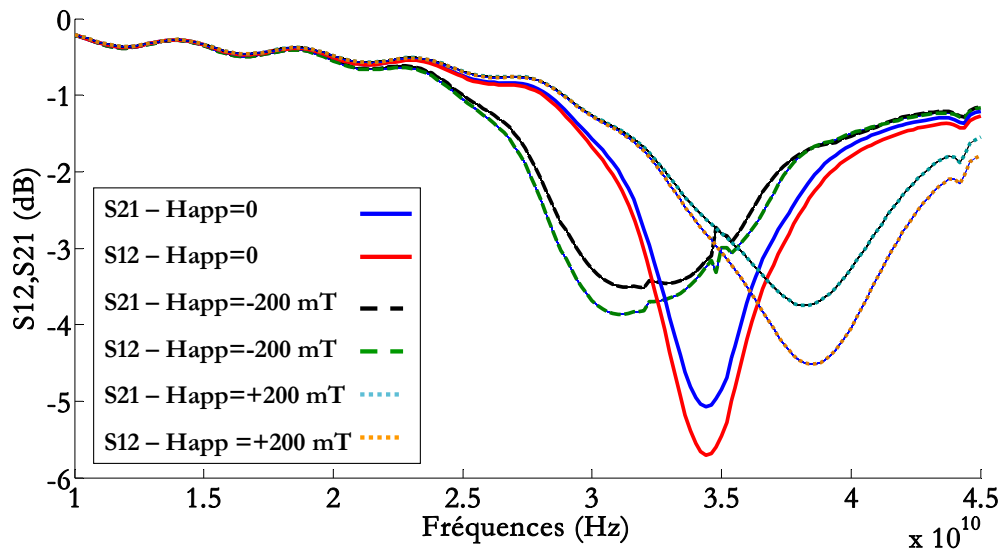


Figure 2.40 : Non réciprocity des lignes coplanaires ayant un matériau orienté à 50% en fonction d'un champ appliqué

Cela correspond également au comportement du matériau donné par notre modèle. On retrouve une variation moins importante de la fréquence de résonance que celle observée pour l'état saturé, et un élargissement du pic de pertes conforme à celui observé sur le modèle.

#### 2.9.1.2 Résultats expérimentaux

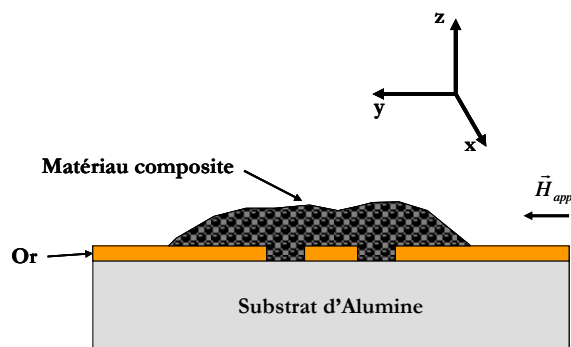
Des lignes coplanaires ont été employées pour les caractérisations hyperfréquences. La simplicité de fabrication de ces lignes permet d'avoir rapidement des indications préliminaires. Les lignes utilisées ont des dimensions (largeur de conducteur central/fente) de 250/100  $\mu\text{m}$  et 72/40  $\mu\text{m}$ .

En raison de difficultés technologiques, nous n'avons pas, à cet instant, pu caractériser le matériau en utilisant la structure utilisée en simulation (cf. Figure 2.36).

Pour disperser les nanoparticules d'hexaferrite de baryum dans la résine, il était nécessaire de diluer cette résine pour diminuer sa viscosité. Différents solvants ont été employés pour la dilution de la résine. De cette manière, les nanoparticules sont plus libres de bouger dans la matrice. Ensuite, pendant les étapes d'orientation, recuit et insolation, le solvant employé s'évapore, assurant le séchage du composite. Le matériau composite ainsi préparé est étalé sur la ligne coplanaire comme le montre la Figure 2.41. Cette configuration (matériau magnétique composite déposé « sur » la ligne coplanaire) a été employée en raison des problèmes technologiques de dépôt et gravure du cuivre sur le matériau composite (cf. Chapitre 4).

Même s'il est difficile de comparer les résultats expérimentaux à ceux simulés, ils nous donnent de bonnes indications sur les fréquences de résonance et sur l'efficacité du matériau.

Dans la suite, nous détaillerons quelques principaux essais qui ont permis d'avoir des indications essentielles concernant l'orientation du matériau composite.



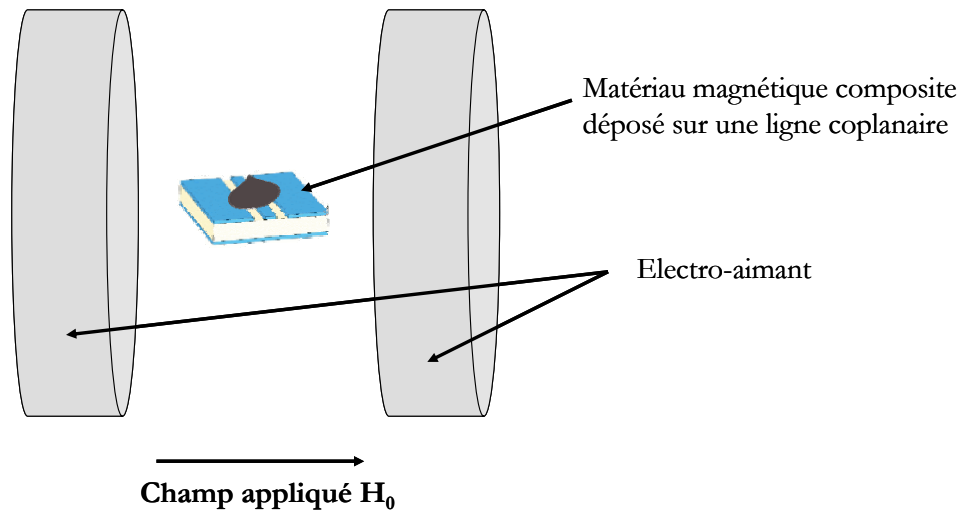
**Figure 2.41 : Configuration du matériau magnétique composite déposé sur la ligne coplanaire**

#### **2.9.1.2.1 Choix du type des nanoparticules**

La manipulation de deux types de nanoparticules (S364 et S365) (cf. paragraphe 2.8.2.1) a été faite également en hyperfréquence. Des mélanges de nanoparticules d'hexaferrite de baryum et de sol-gel (utilisé comme matrice hôte au lieu de la résine) avec une proportion massique de 16% environ ont été préparés.

Les mélanges ont été étalés sur des lignes coplanaires sous champ magnétique de 0.7 T pendant une heure et demie. Ce champ était appliqué dans le plan transverse de la ligne mais non maintenu lors de la mesure en hyperfréquence (cf. Figure 2.42). Il a pour but d'orienter ces nanoparticules dans la matrice. Après séchage, nous obtenons un matériau magnétique composite orienté.

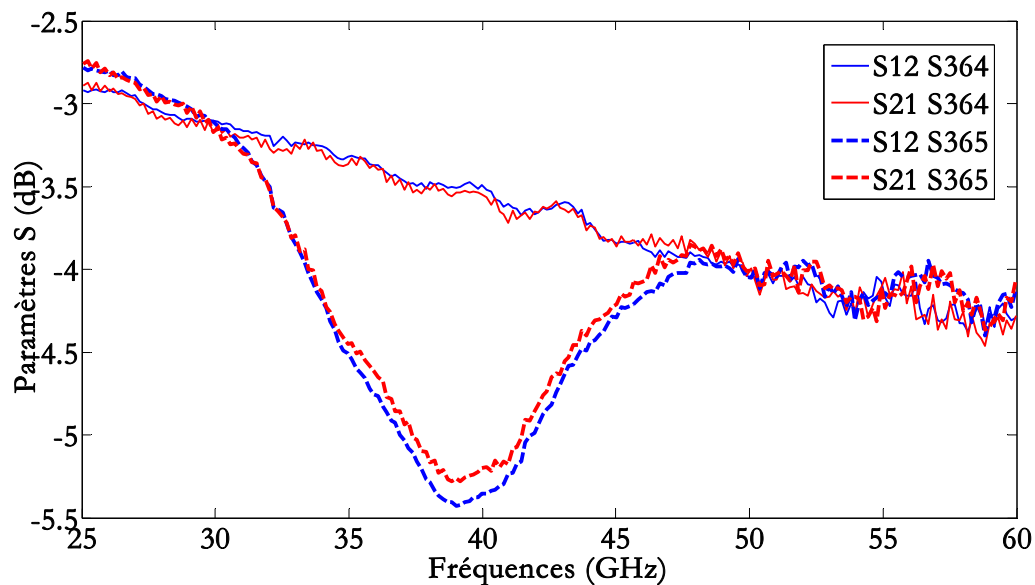




**Figure 2.42: Orientation des nanoparticules dans la matrice hôte**

Les deux échantillons préparés sont ensuite caractérisés en hyperfréquence. La Figure 2.43 montre que les particules recuites (S365), présentant une résonance gyromagnétique autour de 38 GHz et une non réciprocity ( $S_{12} \neq S_{21}$ ), sont plus intéressantes pour notre application.

Ces premiers résultats ont donné de faibles effets non réciproques, ce qui laisse supposer que la concentration est insuffisante et/ou les nanoparticules ne sont pas tout à fait alignées. Nous présentons dans la suite d'autres échantillons réalisés avec les particules recuites en utilisant comme matrice diélectrique la résine SU-8.



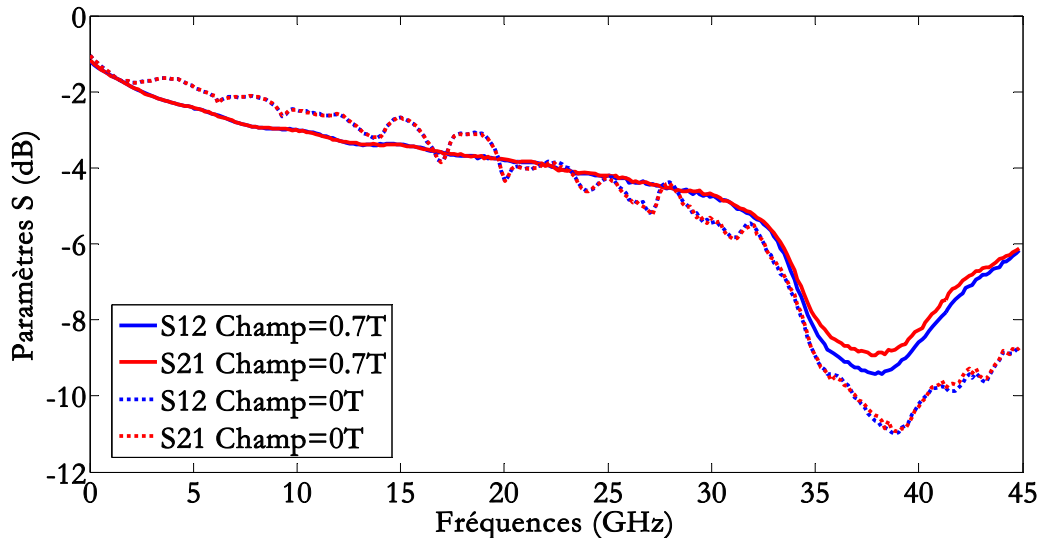
**Figure 2.43 : Paramètres de transmission de deux échantillons S364 et S365**

### 2.9.1.2.2 Effets non réciproques

Le but de cet essai est de comparer les mesures entre un matériau magnétique orienté et non orienté. Pour cela, un mélange a été préparé de la résine SU-8 diluée et de nanoparticules recuites S386F (cf. Annexe A) avec une concentration inférieure à 10 %.

Ce mélange a été déposé sur deux lignes coplanaires 72/40  $\mu\text{m}$  (cf. Figure 2.41). L'une de ces deux lignes a été soumise à un champ de 0.7 T appliqué dans le plan de la ligne perpendiculairement à la direction de propagation (cf. Figure 2.42). Aucun champ n'a été appliqué sur la deuxième ligne.

La caractérisation hyperfréquence montre la non réciprocity de la ligne coplaire avec un nanocomposite orienté avec un champ de 0.7 T. La différence entre les deux sens de transmission est de 0.5 dB pour une ligne de longueur 15 mm. La fréquence de résonance est 37.88 GHz. Les courbes des paramètres de transmission de la ligne coplaire avec un matériau non orienté sont confondues montrant l'arrangement aléatoire des nanoparticules à l'intérieur du matériau composite (cf. Figure 2.44).



**Figure 2.44 : Paramètres de transmission d'un nanocomposite orienté et non orienté**

Les effets non réciproques observés avec le matériau composite orienté sont encore très faibles. Cela peut être dû à :

- l'application d'un champ insuffisant pour pouvoir orienter toutes les nanoparticules à l'intérieur de la couche composite déposée,
- la formation d'agrégats qui s'orientent plus difficilement, et
- la faible concentration en matériau magnétique.

### 2.9.1.2.3 Orientation (champ d'élaboration)

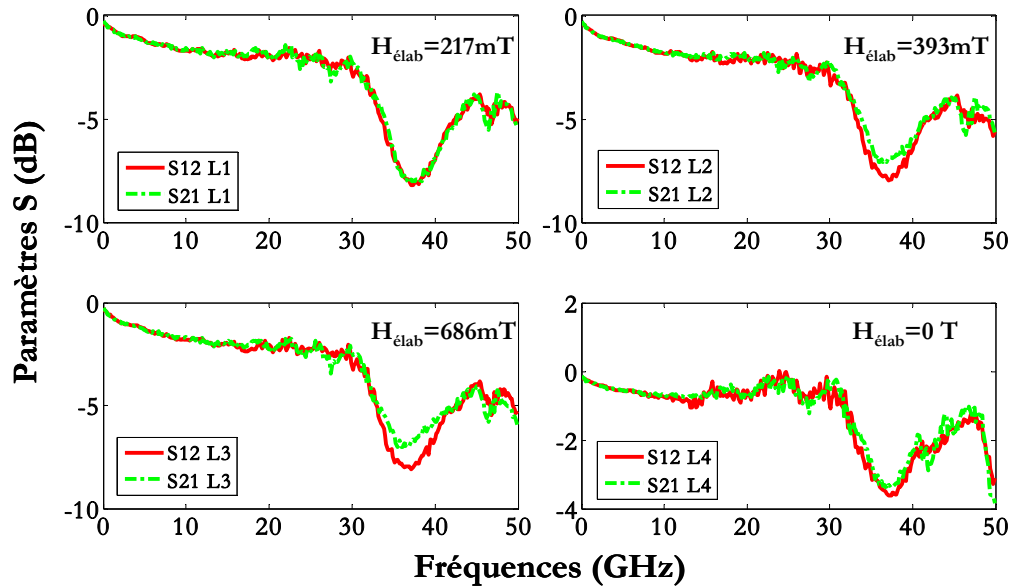
L'orientation des particules dépend de l'intensité, de l'homogénéité et de la durée du champ magnétique appliqué pendant l'élaboration, de la viscosité de la résine et de son degré de polymérisation. Tous ces facteurs sont difficiles à quantifier ; cette première étude concerne principalement l'intensité du champ appliqué au cours de l'élaboration du composite.

Quatre lignes coplanaires 250/100  $\mu\text{m}$  ont été utilisées. Le mélange est formé comme précédemment de nanoparticules recuites S386F et de la résine SU-8 2100 diluée avec l'éthyle acétate. La concentration est 9.75 %. Comme on l'a décrit précédemment, on dépose à peu près 0.1 ml du mélange sur chaque ligne (cf. Figure 2.41), et on applique un champ parallèle, dans le plan de la ligne, perpendiculaire à la longueur de la ligne conductrice (cf. Figure 2.42). Après l'orientation, les échantillons sont soumis à la lumière UV pour une durée de dix minutes pour le séchage.

Échantillons	Champ appliqué d'élaboration (mT)
Ligne 1	217
Ligne 2	393
Ligne 3	686
Ligne 4	0

**Tableau 2.6: Echantillons soumis à différents champs**

Les effets non réciproques augmentent quand on applique un champ plus fort. Un champ plus intense assure une meilleure orientation des nanoparticules à l'intérieur du matériau composite.



**Figure 2.45 : Paramètres de transmission du nanocomposite orienté à différentes intensités de champ appliqué.**

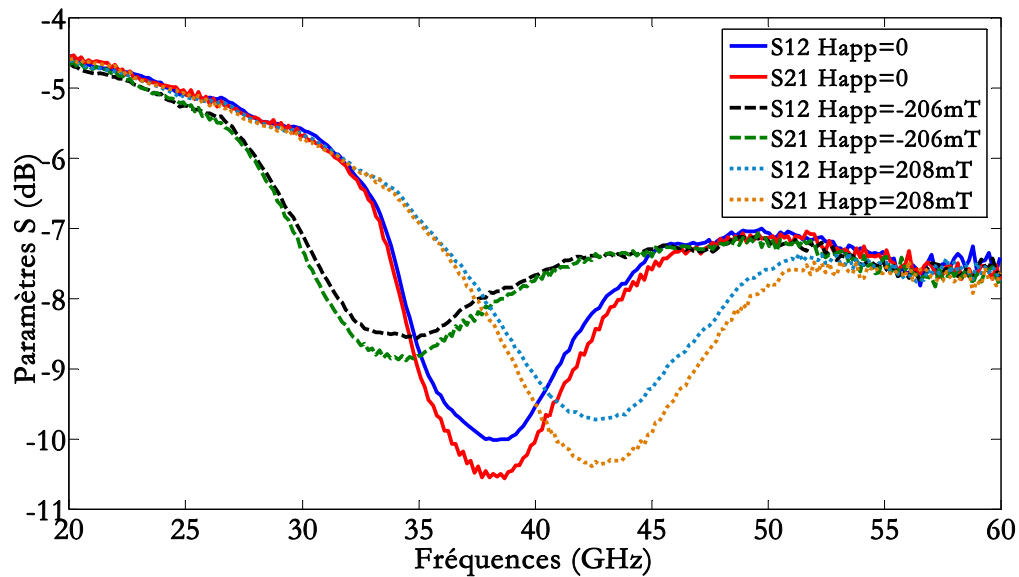
Un faible champ de 217 mT (première courbe de la Figure 2.45), comme le cas d'absence de champ appliqué (dernière courbe de la Figure 2.45), n'assure pas une orientation. La transmission est réciproque. La fréquence de résonance est autour de 37 GHz. Pour les deux échantillons Ligne 2 et Ligne 3 où des champs de 393 et 686 mT ont été appliqués, des effets non réciproques sont visibles. Ces effets à 37 GHz sont de 1.1 dB et 1.34 dB pour les lignes 2 et 3 respectivement.

#### **2.9.1.2.4 Fréquence de résonance en fonction du champ appliqué lors des mesures**

Dans les expérimentations précédentes, un champ a été appliqué lors de l'élaboration des couches de matériau nanocomposite dans le but d'orienter les nanoparticules. La caractérisation hyperfréquence consiste à mesurer les paramètres S pour vérifier l'efficacité de ce matériau. Dans cette partie, un champ magnétique externe est appliqué lors de la caractérisation hyperfréquence, pour vérifier l'influence de ce champ sur les effets non-réciproques ainsi que sur la fréquence de résonance du matériau magnétique après son élaboration.

Un mélange concentré à 5 % a été préparé avec la résine SU-8 diluée et les nanoparticules d'hexaferrite de baryum recuites S386F. Ce mélange a été déposé sur une ligne 72/40  $\mu\text{m}$  et soumis à un champ d'élaboration de 0.7 T (pendant une durée d'une heure et demie). Cela est suivi par la polymérisation sous rayons UV.

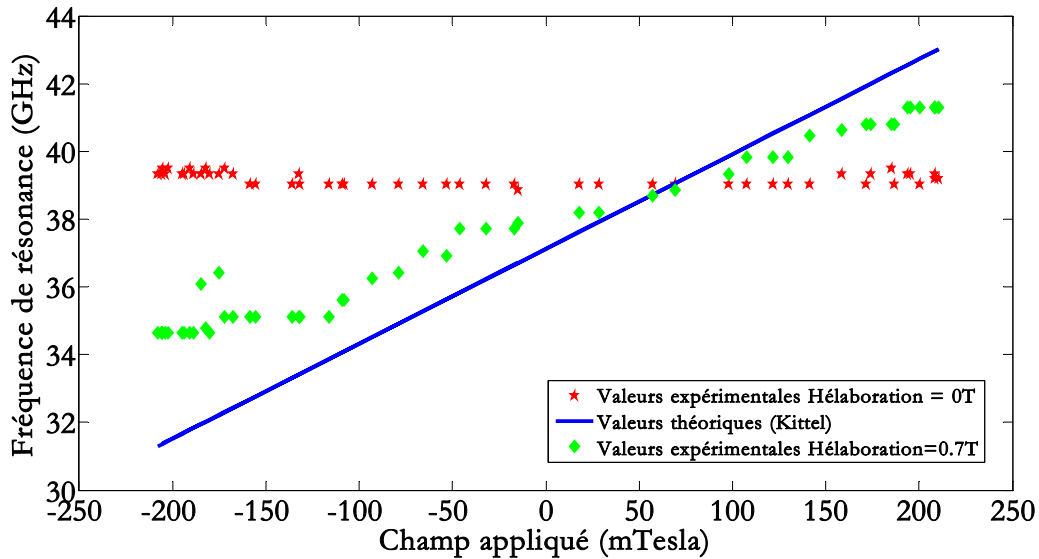
Nous effectuons les mesures en hyperfréquence sans et avec un champ magnétique appliqué comme le montre la Figure 2.46.



**Figure 2.46 : L'effet de l'application d'un champ positif et négatif lors de la caractérisation hyperfréquence**

L'application d'un champ externe nous permet d'apercevoir la dépendance de l'ensemble du matériau magnétique à l'excitation. La fréquence de résonance varie en fonction du champ appliqué, qui vient s'ajouter au champ d'anisotropie créant ainsi un champ total interne  $H_i$ . Ces résultats montrent que le composite est orienté (partiellement) et corroborent les simulations précédentes : variation de la fréquence de résonance et élargissement du pic de pertes.

D'autres mesures ont été effectuées dans le but de noter la variation de la fréquence de résonance en fonction du champ externe appliqué lors de la caractérisation hyperfréquence. Les points de mesure indiqués sur la Figure 2.47, illustrent cette variation. On ne remarque aucun cycle d'hystérésis. Cela semble montrer que les particules magnétiques sont figées dans la matrice, qu'elles sont bien mono-domaines et que le champ appliqué est trop faible pour inverser les moments. La comparaison entre la courbe théorique (calculée à partir de la formule de Kittel) et la courbe expérimentale de la fréquence de résonance en fonction du champ appliqué permet plusieurs remarques intéressantes relatives à ce nanocomposite.



**Figure 2.47 : La fréquence de résonance en fonction du champ appliqué pour une particule (valeurs théoriques) et celle du matériau total mesurée (matériau orienté ( $H_{\text{élaboration}}=0.7\text{T}$ ) et matériau non orienté ( $H_{\text{élaboration}}=0\text{T}$ ))**

En accord avec le comportement donné par notre modèle, lorsque les particules sont distribuées aléatoirement, leur contribution moyenne n'affecte pas la fréquence de résonance (moyenne) lorsqu'un champ statique est appliqué. Ce champ n'est pas en mesure d'orienter suffisamment leur moment pour modifier la fréquence de résonance moyenne, il contribue seulement à l'élargissement du pic des pertes ( $S_{21}/S_{12}$ ).

Si nous traçons les courbes de la fréquence de résonance en fonction du champ appliqué pour des matériaux avec différentes valeurs d'orientation (cf. paragraphe 2.9.1.2.3), les valeurs de la fréquence de résonance mesurées se rapprochent des valeurs théoriques (Kittel) (du milieu magnétique saturé) pour une orientation à 100 %.

Nous pouvons conclure que, pour avoir des effets remarquables, nous devons appliquer au cours de l'élaboration du matériau un champ fort et surtout le conserver si possible pendant les autres étapes de recuit et insolation UV. Cela sera possible pour la configuration perpendiculaire en appliquant un champ à l'aide d'un aimant permanent. C'est la bonne configuration pour notre application où un matériau magnétique orienté perpendiculairement sera intégré.

## 2.9.2 Mesures optiques

Durant nos différents essais de dépôts de couches nanocomposites en salle blanche, nous avons rencontré des problèmes de polymérisation. Ces couches ont différentes valeurs de concentration volumique et d'épaisseur. Les étapes de recuit et d'insolation sont des paramètres importants qui entrent en jeu. Pour vérifier cela, nous avons

effectué des mesures optiques qui montrent la transmittance de la couche en fonction de la longueur d'onde.

Nous avons utilisé des substrats en verre circulaire d'un pouce de diamètre. Le mélange préparé est dopé à 1 % pour que la couche déposée reste relativement transparente pour la transmission du signal optique.

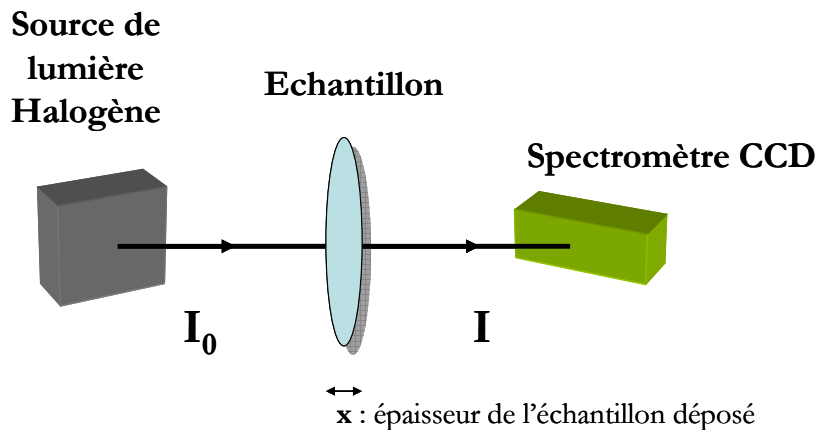
La transmittance est le rapport caractérisant la transmission d'une grandeur dans un système. Elle se calcule par le rapport entre la grandeur en entrée et sortie. En optique, la transmittance d'un matériau est la fraction de l'intensité lumineuse le traversant. On note  $I_0$  l'intensité lumineuse incidente et  $I$  l'intensité sortante, alors la transmittance s'écrit :

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (2.15)$$

Cette transmittance varie en fonction de la longueur d'onde. Elle s'exprime en pourcentage (0 % pour un matériau opaque). Elle est donnée aussi par la loi de Beer-Lambert :

$$T = e^{-\alpha x} \quad (2.16)$$

où  $\alpha$  est le coefficient d'atténuation et  $x$  la longueur du chemin (épaisseur de l'échantillon).



**Figure 2.48 : Schéma du dispositif expérimental utilisé pour mesurer la transmittance**

Au laboratoire LT2C, nous disposons d'un dispositif expérimental permettant la caractérisation de nos échantillons. La Figure 2.48 est un schéma simplifié de ce dispositif. Une source de lumière halogène fournit une lumière dans la bande 360-2000 nm qui pénétrera l'échantillon. À la deuxième borne un spectromètre CCD va

déceler le signal de sortie. En effet, ce spectromètre CCD est l'équivalent de deux détecteurs : « Maya » et « Nirquest », deux produits de « Ocean Optics ». Le premier couvre le spectre 175-1100 nm et le second couvre la bande 360-2000 nm.

Différents échantillons ont été préparés ; nous cherchons à déterminer l'influence des étapes technologiques (recuit et insolation) sur la couche nanocomposite déposée en salle blanche. Les couches déposées ont une épaisseur de 60-65  $\mu\text{m}$  et elles sont dopées à 1%.



**Figure 2.49 : Echantillons de matériau nanocomposite dopé à 1% sur des substrats de verre**

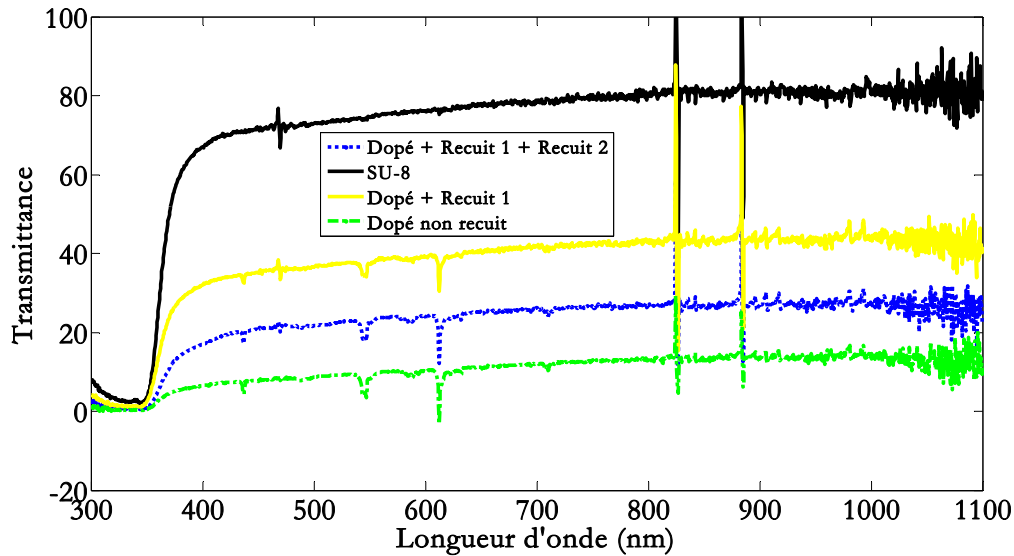
Nous étudions un premier échantillon sur lequel a été déposée une couche de SU-8 non dopée avec la tournette suivi d'un premier recuit, d'une insolation et d'un deuxième recuit.

Un deuxième échantillon : le substrat de verre est recouvert d'une couche de nanocomposite dopée à 1 % (cf. Figure 2.49). Nous avons effectué un premier recuit, une insolation de 3 minutes et un deuxième recuit.

Sur un troisième échantillon nous déposons le même mélange dopé de 1 % à l'aide de la tournette. Un premier recuit avec une insolation de durée de 3 minutes ont été effectués. On omet l'étape du deuxième recuit.

Un quatrième échantillon sur lequel le mélange dopé à 1 % a été déposé, on ne réalise pas de recuit, pour cela l'insolation effectuée est de durée de 9 minutes.





**Figure 2.50 : Transmittance en fonction de la longueur d'onde des différents échantillons réalisés**

Nous remarquons que le pic d'absorption ne change pas pour tous les échantillons. Celui-ci est observé à 365 nm, celui de la résine SU-8. L'élimination des étapes de recuit et l'insolation pour une plus longue durée rend la couche plus opaque (cf. Figure 2.50). Cela indique qu'en ajoutant les nanoparticules dans la résine, les propriétés optiques et spécifiquement la transmittance, changent. Il faudra une plus longue durée d'insolation aux rayons UV pour la polymérisation.

### **2.9.3 Homogénéisation du mélange nanocomposite**

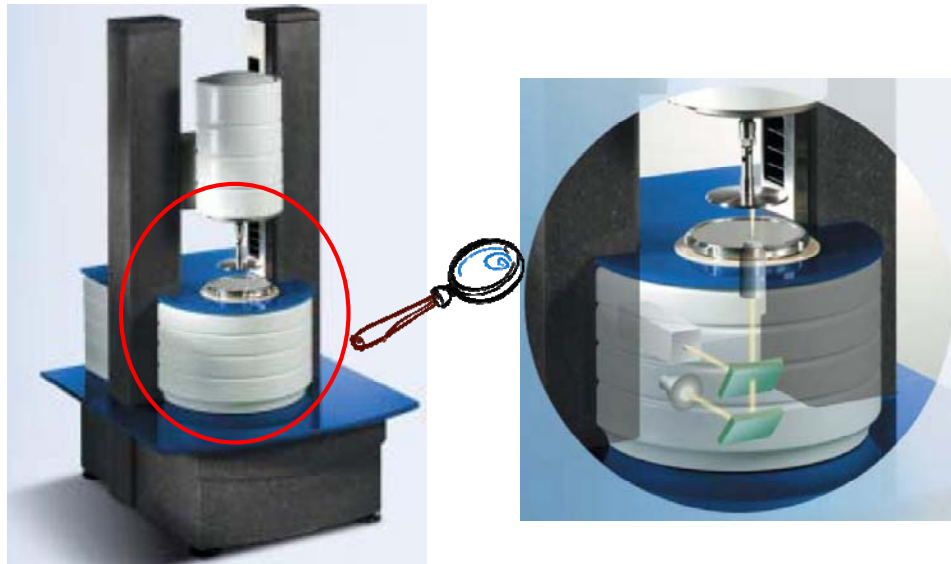
En préparant les différents mélanges, nous percevons une non miscibilité et une difficulté d'homogénéiser l'ensemble. Pour cela nous avons réalisé plusieurs essais dans le but d'avoir des mélanges homogènes. Cela a été effectué en employant deux types de particules : les particules surfactées et non surfactées ainsi que différents solvants.

#### ***2.9.3.1 Viscosimètre***

Connaître la viscosité de la résine SU-8 ainsi que celle du mélange résine/nanoparticules nous intéresse. Ceci nous permettra de déterminer le temps d'évaporation des solvants ainsi que le durcissement de la résine.

Le laboratoire PECSA de Paris dispose d'un viscosimètre RheoScope de la société Thermo Haake. Cet appareil permet d'obtenir des mesures rhéologique et optique simultanément et d'identifier le changement de la structure sous cisaillement (cf. Figure 2.51). A l'aide de ce viscosimètre nous avons suivi l'évolution de la

viscosité dans le temps pour un échantillon de résine SU-8 2015, et pour des échantillons avec des nanoparticules dispersées dans la résine.



**Figure 2.51 : Viscosimètre RheoScope**

Une première mesure a été faite à la température ambiante (24°C) pour déterminer la viscosité de la SU-8 2015 qui est d'environ  $\eta=0.1026$  Pa-s.

Une mesure de la viscosité d'un mélange de résine dopée a été effectuée. Nous préparons un mélange de nanoparticules S396F frittées et surfactées, de SU-8 et de dichlorométhane (solvant). Le mélange a été bien soniqué dans le bain à ultrason pour l'homogénéisation.

Différentes mesures ont été réalisées en espaçant les mesures de 5 à 10 minutes pour étudier comment l'évaporation du dichlorométhane agit sur la viscosité. La Figure 2.52 représente les courbes de variation de la viscosité en Pascal-seconde en fonction du temps. Quatre mesures ont été faites pour le même échantillon de mélange en attendant 5 à 10 minutes entre les différentes mesures. La viscosité du mélange augmente au fur et à mesure en passant de la première mesure à la quatrième mesure (les courbes de bas en haut). Les valeurs finales de la viscosité pour chaque mesure sont indiquées à la fin de chaque courbe. En comparant la valeur de la viscosité de la courbe 4 ( $\eta=0.1$  Pa-s) avec celle de la résine SU-8 ( $\eta=0.1026$  Pa-s), on peut déduire que l'évaporation du dichlorométhane est presque totale. Les nanoparticules n'ont pas un grand effet sur la valeur de la viscosité car la concentration volumique est faible. Nous n'avons pas une valeur précise de celle-ci car nous avons utilisé une suspension de nanoparticules dans le solvant (dichlorométhane).

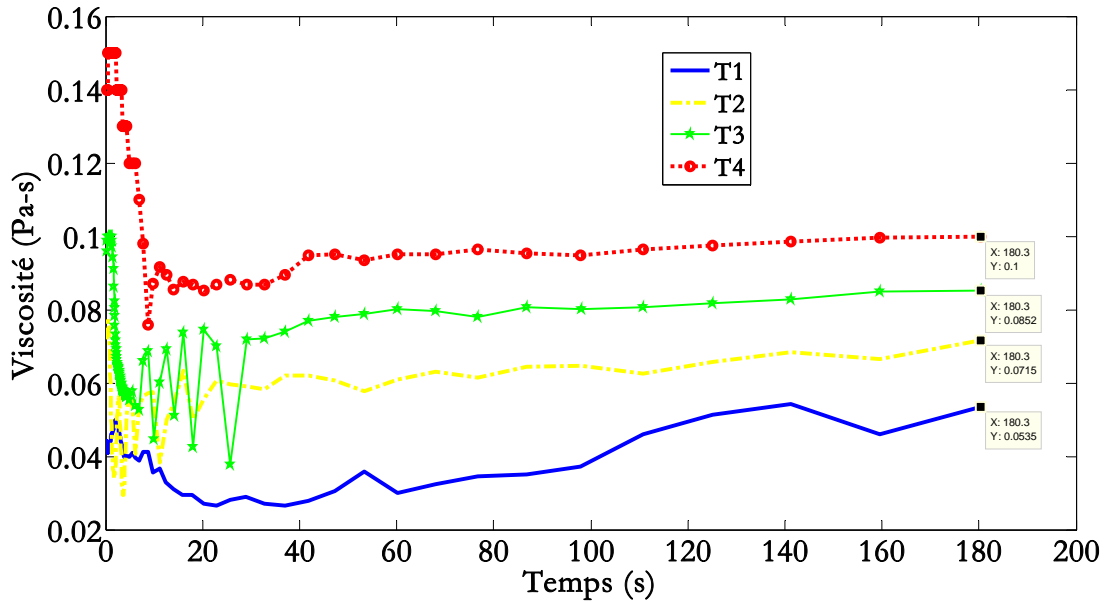


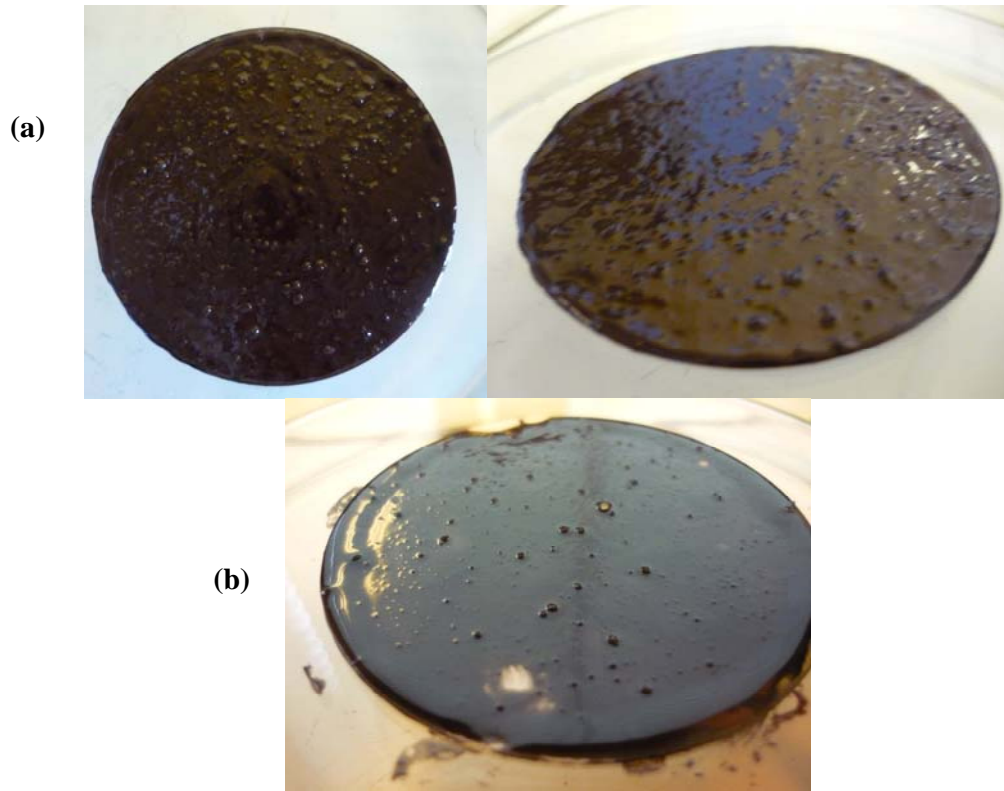
Figure 2.52 : Évolution de la viscosité du mélange avec le temps, dû à l'évaporation du solvant « dichlorométhane »

### 2.9.3.2 Manipulations et comparaison des mélanges

De nombreuses manipulations ont été effectuées dans le but de préparer des mélanges similaires avec des nanoparticules recuites surfactées et non surfactées. La comparaison de la miscibilité des mélanges ainsi que l'homogénéité des couches déposées sur un substrat permet de choisir le meilleur type de nanoparticules. Nous ne présenterons pas en détails ces essais, mais nous en donnons un résumé.

Quand nous utilisons les nanoparticules recuites non surfactées dans des mélanges avec de la résine et le solvant utilisé pour la diluer, nous apercevons clairement et à l'œil nu, la formation des agrégats. La solution est visiblement inhomogène, les nanoparticules se collent sur les parois du récipient. Cela est également perceptible après le dépôt sur le substrat d'alumine par spin-coating.

Plusieurs concentrations en nanoparticules magnétiques ont permis de comparer l'aspect de la couche déposée ainsi que la valeur de la viscosité. Notons que les mélanges (a) et (b) ont successivement des concentrations 8 et 4 % en nanoparticules d'hexaferrite de baryum *non surfactées*.

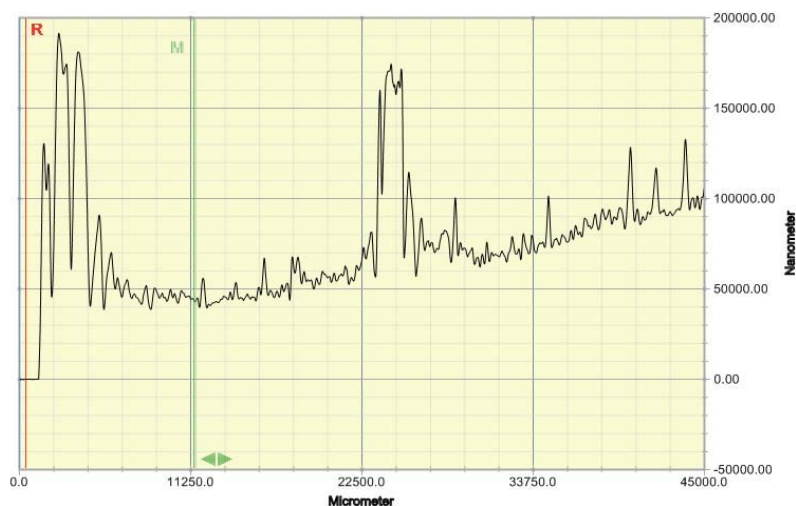


**Figure 2.53 : Couches inhomogènes de nanocomposites avec des nanoparticules non surfactées : (a) mélange préparé avec une concentration de 8 %, (b) mélange préparé avec une concentration de 4 %**

La valeur de la viscosité du mélange (a) est équivalente à 2 Pa-s. Il est à noter que cette grande viscosité n'est probablement pas seulement due à l'augmentation de la quantité de nanoparticules mais aussi au fait que les nanoparticules utilisées ne sont pas surfactées ce qui rend difficile leur intégration dans la matrice hôte SU-8. Pour vérifier cela nous avons effectué un deuxième mélange (b) avec une concentration de 4 % en nanoparticules *non surfactées* pour le comparer ensuite avec des mélanges préparés avec des nanoparticules surfactées.

La mesure de la viscosité du mélange (b) donne une valeur proche de 1.05 Pa-s. Cette valeur étant identique à celle du mélange (c) (à voir dans la suite), on peut conclure que dans l'essai (a) c'est la densité des nanoparticules qui a joué un rôle dans l'augmentation de la viscosité totale du mélange. Les mesures d'épaisseur et de rugosité montrent une épaisseur variable entre 50 et 100  $\mu\text{m}$  sur le diamètre du l'échantillon (longueur de 4.5 cm) (cf. Figure 2.54).

Nous préparons ensuite un mélange (c) avec des nanoparticules d'hexaferrite de baryum  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  *surfactées* avec le BNE et placées dans le dichlorométhane. La concentration est d'environ 4 %.



**Figure 2.54 : Résultats des mesures au profilomètre de la couche déposée avec les nanoparticules recuites et non surfactées (mélange (b))**

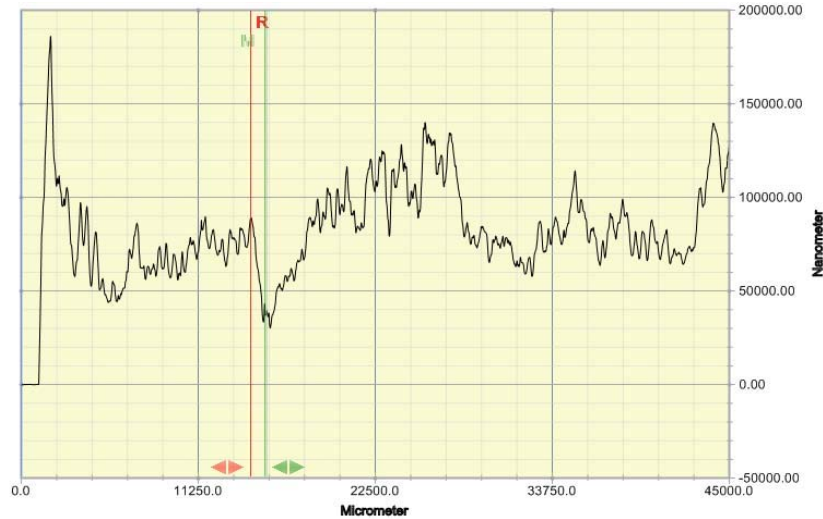
Nous mesurons la viscosité du mélange à l'aide du viscosimètre. Nous notons que le viscosimètre ici, n'est pas seulement utilisé pour mesurer la viscosité mais nous utilisons aussi sa fonction mélangeur pour établir un mélange homogène de résine et de nanoparticules sans l'ajout d'un solvant. La valeur de la viscosité est autour de 1.05 Pa·s qui est dix fois la valeur de la viscosité de la résine non dopée. Les viscosités des mélanges (b) et (c) avec des particules non surfactées et surfactées ont les mêmes valeurs.

Le mélange (c) est ensuite déposé sur un substrat d'alumine de 5 cm de diamètre à l'aide de la tournette. Les étapes de recuit 1 (95°C-5min) – UV (365 nm – 1min) – Recuit 2 (95°C-5min) ont été réalisées. Les gros amas de nanoparticules ne sont pas visibles. Le mélange est plutôt homogène et les couches déposées sur les substrats d'alumine le sont aussi (cf. Figure 2.55). Cependant nous remarquons que la surface de la couche déposée n'est pas tout à fait lisse et il y a des petits défauts. Les photos de la Figure 2.55 ont été prises après le dépôt sur la tournette et avant les étapes de recuit et insolation sous UV.



**Figure 2.55 : Couches homogènes de nanocomposites avec des nanoparticules surfactées**

Des mesures à l'aide du profilomètre ont été faites pour déterminer l'épaisseur et la rugosité de la surface. L'épaisseur de la couche nanocomposite déposée varie entre 60 à 140  $\mu\text{m}$  (cf. Figure 2.56).



**Figure 2.56 : Résultats des mesures au profilomètre de la couche déposée avec les nanoparticules recuites et surfactées (mélange (c))**

La comparaison entre ces différentes expérimentations montrent qu'après le dépôt sur le substrat d'alumine, la surface de la couche magnétique est granuleuse et moins homogène quand les nanoparticules utilisées ne sont pas surfactées. Cela explique la non miscibilité des nanoparticules avec la résine. Pour cela, nous n'utiliserons dans la suite que les nanoparticules surfactées en raison de leur meilleure miscibilité avec la résine organique SU-8.

#### **2.9.4 Salle blanche**

Après les expérimentations que nous avons présentées précédemment, nous passons en salle blanche pour pouvoir déposer les mélanges homogénéisés à l'aide de la tournette sur les substrats d'alumine circulaires de diamètre d'un pouce.

Des mélanges avec différentes concentrations en nanoparticules surfactées ont été préparés. Ils sont mélangés manuellement et avec sonication à ultrason. Après dépôt à la tournette, plusieurs défauts de surface ont été observés comme par exemple, un bourrelet à la circonférence des échantillons et l'apparition de quelques bulles-aspérités à la surface (cf. Figure 2.57).





**Figure 2.57 : Nanocomposites de concentrations 1 et 4 % déposés à la tournette**

L'origine de ces défauts peut être due à l'existence des agglomérats de nanoparticules à l'intérieur de cette couche. Mais cette cause est peu probable car on remarque que le composite n'est pas entièrement polymérisé. Cela peut être causé par :

- la présence d'un gaz dû à une réaction chimique (peut être avec le surfactant),
- une mauvaise élimination des solvants (recuit de plus longue durée est nécessaire),
- un problème de polymérisation : l'introduction des nanoparticules modifie les caractéristiques de la couche déposée comme l'ont montré les analyses des transmittances optiques (cf. paragraphe 2.9.2). Les UV n'atteignent alors que de façon superficielle la couche déposée.

Des études paramétriques ont été réalisées pour vérifier qu'une insolation plus longue est essentielle pour polymériser la couche nanocomposite déposée. Ensuite, des mélanges ayant de plus grandes concentrations ont été préparés. Les nanoparticules recuites et surfactées avec le BNE ont été utilisées (S415F).



**Figure 2.58 : Nanocomposite de 15 % de concentration déposé à la tournette et poncé**

Après les étapes technologiques en salle blanche, une étape de ponçage a permis d'avoir une couche moins rugueuse. Nous désirons avoir une couche identique pour la réalisation du circulateur. Cela est abordé dans le chapitre 4.

D'autres expérimentations d'orientation et de caractérisations hyperfréquence ont été accomplies en parallèle en changeant :

- le type du solvant assurant la dilution de la résine SU-8
- la résine SU-8 et en la remplaçant par une matrice Sol-gel et Teos (matrices utilisées en optique)
- les procédés technologiques en dehors de la salle blanche (essais avec/sans recuit)...

Toutes ces expérimentations ne sont pas exposées dans cette thèse car elles n'ont pas assuré de résultats conformes à nos attentes.



## **2.10 Conclusion**

Nous avons présenté dans ce chapitre les matériaux nanocomposites qui forme le cœur de notre travail. Il constitue la partie essentielle de notre dispositif à réaliser.

Une étude bibliographique nous a permis de connaître les caractéristiques de ces matériaux ainsi que leurs constituants. Différents types ont été présentés. Nous avons choisi la résine SU-8 utilisée dans le domaine de la microélectronique, pour constituer la matrice hôte. Les nanoparticules d'hexaferrite sont le matériau magnétique inséré dans cette matrice. Les étapes technologiques ainsi que les techniques utilisées pour déposer des couches de matériau ont été exposées.

Les applications en salle blanche ont permis de maîtriser le dépôt de la résine non dopée sous forme de couches sur les substrats d'alumine circulaire. Ensuite la préparation du mélange de résine et nanoparticules a rencontré des problèmes de miscibilité qui ont été résolus chimiquement par l'utilisation des nanoparticules surfactées. Cette étape contribue à une meilleure intégration de la poudre magnétique à l'intérieur de la résine organique. Ensuite, le dépôt de la résine dopée de nanoparticules a été décrit.

Des caractérisations hyperfréquences ont montré l'effet non réciproque du matériau composite et concrétisé la possibilité de la réalisation d'un circulateur à base d'un matériau magnétique nanocomposite. Des caractérisations optiques ont donné des indications utiles pour le procédé technologique.

Ces étapes de fabrication de la couche magnétique nanocomposite s'intégreront par la suite dans la grande famille d'étapes technologiques assurant la fabrication du circulateur coplanaire à base de nanoparticules magnétiques orientées.

## 2.11 Références

- [1] C. Tannous et J. Gieraltowski, "The Stoner–Wohlfarth model of ferromagnetism," *European Journal of Physics*, vol. 29, 2008, p. 475.
- [2] Günter Schmid, *Nanoparticles: From Theory to Application*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006.
- [3] J.C. Maxwell, *A Treatise on Electricity and Magnetism*, Dover Publication Inc., 1954.
- [4] L.K.H. Van Beek, *Dielectric behavior of heterogenous systems*, London: Progress in Dielectrics, 1967.
- [5] W.R. Tinga, "Multiphase Dielectric Theory-Applied to Cellulose Mixtures," University of Alberta, Edmonton, Alberta, Canada, 1969.
- [6] W.R. Tinga, W.A.G. Voss, et D.F. Blosssey, "Generalized approach to multiphase dielectric mixture theory," *Journal of Applied Physics*, vol. 44, 1973, p. 3897-3902.
- [7] A. Sihvola, "Analysis of Microwave Structures and Mixing Formula with Application to Remote Sensing Measurements," Helsinki University of Technology, 1986.
- [8] A. Sihvola et J.A. Kong, "Effective permittivity of dielectric mixtures," *IEEE Trans.*, vol. GE-26(4), 1988, p. 420-429.
- [9] G.P. De Loor, "Dielectric Properties of Heterogeneous Mixtures," Leiden, The Netherlands, 1956.
- [10] A. Kraszewski, "Prediction of the dielectric properties of two-phase mixtures," *J. Microwave Power*, vol. 12, 1977, p. 215-222.
- [11] Lord Rayleigh, "On the influence of obstacles arranged in rectangular order upon the properties of a medium," *Philosophical Magazine*, vol. 32, 1892, p. 481-502.
- [12] O. Wiener, *Abh. Math. Phys. Kl. Sachs Akad. Wiss., Leipzig*, vol. 32, 1912, p. 502.
- [13] D.A.G. Bruggeman, "Berechnung Verschiedener Physikalischer Konstanten von Heterogenen Substanzen," *Annalen der Physik*, vol. 24, 1935, p. 636-644.
- [14] C.J.F Böttcher, *Theory of Electric Polarisation*, New York: Elsevier Publishing Co., 1952.
- [15] D. Polder et J.H. van Santen, "The effective permeability of mixtures and solids," *Physica XII*, vol. 5, 1946, p. 257-271.
- [16] H. Looyenga, "Dielectric constants of mixtures," *Physica*, vol. 321, 1965.
- [17] K. N. Rozanov, Z. W. Li, L. F. Chen, et M. Y. Koledintseva, "Microwave permeability of Co<sub>2</sub>Z composites," *Journal of Applied Physics*, vol. 97, 2004, p. 013905.

- [18] D. Stroud, "Generalized effective-medium approach to the conductivity of an inhomogeneous material," *Phys. Rev. B*, vol. 12, 1975, p. 3368-3373.
- [19] R. Ramprasad, P. Zurcher, M. Petras, M. Miller, et P. Renaud, "Fundamental Limits of Soft Magnetic Particle Composites for High Frequency Applications," *Phys. Stat. Sol. (b)*, vol. 233, 2002, p. 31-38.
- [20] R. Ramprasad, P. Zurcher, M. Petras, M. Miller, et P. Renaud, "Magnetic properties of metallic ferromagnetic nanoparticle composites," *Journal of Applied Physics*, vol. 96, 2004, p. 519.
- [21] L. Z. Wu, J. Ding, H. B. Jiang, C. P. Neo, L. F. Chen, et C. K. Ong, "High frequency complex permeability of iron particles in a nonmagnetic matrix," *J. Appl. Phys.* 99, 083905 (2006); DOI:10.1063/1.2190719, Avr. 2006.
- [22] J.P. Bouchaud et P.G. Zérah, "Spontaneous resonances and universal behavior in ferrimagnets: Effective-medium theory," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 63, 1989, p. 1000-1003.
- [23] D. Bariou, P. Queffelec, P. Gelin, et M. Le Floc'h, "Extension of the effective medium approximation for determination of the permeability tensor of unsaturated polycrystalline ferrites," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 37, Nov. 2001, p. 3885 - 3891.
- [24] P. Queffelec, D. Bariou, et P. Gelin, "A predictive model for the permeability tensor of magnetized heterogeneous materials," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 41, Jan. 2005, p. 17-23.
- [25] P. Gelin et P. Queffelec, "Generalized Permeability Tensor Model: Application to Barium Hexaferrite in a Remanent State for Self-Biased Circulators," *IEEE Trans. Magnetics*, vol. 44, Jan. 2008, p. 24-31.
- [26] P. Gelin, P. Queffelec, et F. Le Pennec, "Effect of domain and grain shapes on the dynamical behavior of polycrystalline ferrites: Application to the initial permeability," *Journal of Applied Physics*, vol. 98, Sep. 2005, p. 053906 - 053906-6.
- [27] J.C. Dubois, "Propriétés diélectriques des polymères," *Technique de l'ingénieur, Traité électronique*.
- [28] S. Kayali, G. Ponchak, et R. Shaw, "GaAs MMIC reliability assurance guideline for space applications," Déc. 1996.
- [29] M. Dokmeci et K. Najafi, "A high-sensitivity polyimide capacitive relative humidity sensor for monitoring anodically bonded hermetic micropackages," *IEEE. J. Microelectromechanical Systems*, vol. 10, Jun. 2001.
- [30] J.R. Webster, "Thin film polymer dielectrics for high-voltage applications under severe environments," *Rapport de stage du master science*, Mai. 1998.
- [31] G. Six, "Optimisation d'une technologie 3D pour la réalisation de circuits intégrés millimétriques sur substrat de silicium," Université des Sciences et Technologies de Lille, 2004.

- 
- [32] F. Bouchriha, "Développement de filières technologiques dédiées à l'intégration de microsystèmes millimétriques sur silicium," Université Paul Sabatier de Toulouse, 2005.
- [33] C.J. Brinker, A.J. Hurd, G.C. Frye, P.R. Shunkand, et C.S. Ashley, *J. Ceram. Soc. Japan*, vol. 99, 1991.
- [34] "MicroChem," [www.microchem.com](http://www.microchem.com).
- [35] J. Liu, B. Cai, J. Zhu, G. Ding, X. Zhao, C. Yang, et D. Chen, "Process research of high aspect ratio microstructure using SU-8 resist," *Microsystem Technologies*, vol. 10, Mai. 2004, p. 265-268.
- [36] R. Feng et R.J. Farris, "Influence of processing conditions on the thermal and mechanical properties of SU8 negative photoresist coatings," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 13, 2003, p. 80-88.
- [37] J. Ge, R. Tuominen, et J.K. Kivilahti, "Adhesion of electrolessly-deposited copper to photosensitive epoxy," *Journal of Adhesion Science and Technology*, vol. 15, 2001, p. 1133-1143.
- [38] M. Nordström, A. Johansson, E. Sánchez Noguero, B. Clausen, M. Calleja, et A. Boisen, "Investigation of the bond strength between the photo-sensitive polymer SU-8 and gold," *Microelectronic Engineering*, vol. 78-79, Mar. 2005, p. 152-157.
- [39] M. Drofenik, M. Kristl, A. Žnidaršič, D. Hanžel, et D. Lisjak, "Hydrothermal Synthesis of Ba-Hexaferrite Nanoparticles.," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 90, Jul. 2007, p. 2057 - 2061.
- [40] A. Ruckly, Etude de l'orientation de nanoparticules d'hexaferrite de baryum sous champ magnétique., Grenoble: IUT de Chambéry, Université de Savoie, 2009.
- [41] B. Bayard, "Contribution au développement de composants passifs magnétiques pour l'électronique hyperfréquence," Université Jean Monnet de St Etienne, 2000.
- [42] D. Vincent, T. Rouiller, C. Simovsky, B. Bayard, et G. Noyel, "A new broad-band method for magnetic thin-film characterization in the microwave range," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 53, Avr. 2005, p. 1174-1180.
- [43] F. Djerfaf, D. Vincent, S. Robert, et A. Merzouki, "Application of Multilayer Perceptron Neural Networks for Predicting the Permeability Tensor Components of Thin Ferrite Film," *European Physical Journal*, vol. (Accepté).





## **Chapitre 3.**

# **Modélisation du circulateur**





## Chapitre 3. Modélisation du circulateur

3.1	INTRODUCTION-----	137
3.2	MODELISATION DU CIRCULATEUR AVEC UNE COUCHE MAGNETIQUE -----	138
3.2.1	<i>Modélisation analytique du circulateur triplaque</i> -----	138
3.2.2	<i>Modélisation numérique</i> -----	146
3.2.2.1	Structure Triplaque -----	146
3.2.2.1.1	Plans de masse couvrant toute la surface -----	147
3.2.2.1.2	Plans de masse ayant la même forme que le plan conducteur central	148
3.2.2.1.3	Plans de masse en forme circulaire-----	148
3.2.2.2	Structure coplanaire-----	149
3.2.2.2.1	Ferrite sous forme d'une couche mince : -----	154
3.2.2.2.2	Ferrite sous forme de disque : -----	155
3.2.2.2.3	Variation du rayon du disque de ferrite-----	156
3.2.2.2.4	Variation de l'épaisseur du disque de ferrite-----	157
3.2.2.2.5	Variation de la fente circulaire-----	158
3.3	MODELISATION DU CIRCULATEUR AVEC UN MATERIAU COMPOSITE -----	159
3.3.1	<i>Modélisation analytique</i> -----	159
3.3.1.1	Modélisation avec le modèle de Polder simplifié-----	159
3.3.1.2	Modélisation avec le modèle développé au LT2C -----	161
3.3.1.2.1	Performances du circulateur en fonction de l'orientation pour différentes valeurs de concentration-----	161
3.3.1.2.2	Performances du circulateur en fonction de la concentration pour différentes valeurs d'orientation -----	163
3.3.2	<i>Modélisation numérique</i> -----	165
3.3.2.1	Massif avec changement de $M_s$ -----	166
3.3.2.2	« Nanoparticules » sous forme de petits cylindres-----	167
3.3.2.3	Ferrite rectangulaire -----	168
3.3.2.4	Couche nanocomposite-----	169
3.3.2.5	Disque nanocomposite -----	170
3.4	CONCLUSION -----	173
3.5	REFERENCES -----	174





### 3.1 Introduction

Nous avons exposé dans les chapitres précédents l'état de l'art des différents types de circulateur, les propriétés magnétiques du ferrite ainsi que les caractéristiques des matériaux magnétiques composites.

Dans ce chapitre, nous présentons plus concrètement les phénomènes mis en jeu dans le circulateur. Nous rappelons que le circulateur a été étudié dans sa configuration triplaque, essentiellement par Bosma (1962) [1][2] et suivi par l'étude de C.E. Fay et R.L. Comstock [3]. Peu de travaux théoriques expliquant ces phénomènes dans d'autres technologies, notamment en coplanaire, ont été menés.

Dans notre travail, nous partirons de l'étude théorique du circulateur triplaque basée sur les formules de Bosma pour modéliser un circulateur triplaque et transposer ses dimensions sur une structure coplanaire. La modélisation numérique nous permettra d'optimiser les performances du composant.

Le matériau magnétique (sous forme massive ou particulaire) qui confère au circulateur étudié sa non réciprocity, est l'hexaferrite de baryum. Ce matériau dur ayant une forte rémanence ainsi qu'une forte anisotropie, permettra au circulateur de fonctionner à la rémanence sans le besoin d'appliquer un champ externe. On parle alors de matériaux « auto-polarisés » [4][5]. Lors de l'élaboration des couches d'hexaferrite de baryum, l'application d'un champ magnétique externe permet la cristallisation en orientant ses moments magnétiques. Les différentes techniques d'élaboration des couches magnétiques n'ayant toujours pas donné les propriétés attendues, de nouveaux matériaux « composites » semblent être une solution prometteuse.

Nous traiterons dans ces études analytique et numérique les deux cas : celui du matériau ferrite en forme de couche mince (massif) intégré dans le circulateur et celui du matériau magnétique composite en se basant sur le modèle de Polder simplifié et le modèle développé au laboratoire LT2C.

## 3.2 Modélisation du circulateur avec une couche magnétique

Dans cette partie nous décrirons succinctement l'étude de Bosma sur la modélisation analytique du circulateur à jonction triplaque. Le circulateur coplanaire, topologie étudiée dans cette thèse, a un fonctionnement proche de celui du circulateur triplaque.

Les paramètres géométriques, diélectriques et magnétiques résultants de l'étude analytique sont ensuite transposés à la configuration coplanaire du circulateur. Cette structure est conçue numériquement à l'aide du logiciel 3D, Ansoft HFSS, qui permet de tenir compte de l'épaisseur du matériau magnétique et simuler plus concrètement la structure en trois dimensions.

### 3.2.1 Modélisation analytique du circulateur triplaque

Le circulateur triplaque étudié par Bosma est constitué d'un conducteur central circulaire connecté aux trois lignes d'accès orientées à  $120^\circ$  les unes des autres (cf. Figure 3.1). Deux disques de ferrite de mêmes dimensions que le conducteur central circulaire sont déposés de part et d'autre. Ensuite deux plans de masse enveloppent l'ensemble. Il est à noter que les deux disques de ferrite sont polarisés par un champ magnétique statique  $H_0$  vertical créé par des aimants externes. On présentera brièvement les principaux points du calcul effectué par Bosma [1].

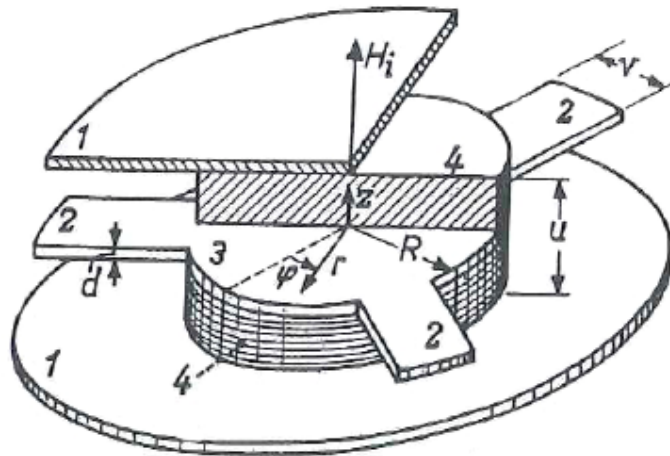


Figure 3.1: Configuration du circulateur étudié par Bosma [1].

Dans la ferrite, pour décrire les champs électromagnétiques, on écrit d'abord les équations fondamentales de Maxwell :

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -j\omega\mu_0 \overline{\mu} \vec{H} \quad (3.1)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{H} = j\omega\varepsilon_0 \varepsilon_f \vec{E} \quad (3.2)$$

où  $\varepsilon_f$  est la permittivité relative du ferrite et  $\overline{\mu}$  sa perméabilité sous forme de tenseur donnée par :

$$\overline{\mu} = \begin{pmatrix} \mu & -j\kappa & 0 \\ j\kappa & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (3.3)$$

Les composantes de l'intensité du champ magnétique  $H_r, H_\phi$  et  $H_z$  sont exprimées en fonction de la composante  $z$  de l'intensité du champ électrique ( $E_z$ ); les autres composantes sont considérées comme nulles et les champs électromagnétiques ne présentant pas de variations selon  $z$ .

En utilisant ces approximations, on démontre que la composante  $E_z$  satisfait l'équation homogène d'Helmholtz :

$$\left[ \frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \phi^2} + k^2 \right] E_z(r, \phi) = 0 \quad (3.4)$$

avec  $r, \phi$  et  $z$  : les coordonnées cylindriques et  $k$  : le nombre d'onde tel que :

$$k^2 = \omega^2 \mu_0 \varepsilon_0 \mu_{\text{eff}} \varepsilon_f \quad \text{avec} \quad \mu_{\text{eff}} = \frac{\mu^2 - \kappa^2}{\mu} \quad (3.5)$$

Bosma a ensuite introduit une fonction de Green permettant d'exprimer la composante  $E_z$  en fonction de la composante  $H_\phi$  :

$$E_z(r, \phi) = \int_{-\pi}^{\pi} G(r, \phi; R, \phi') H_\phi(R, \phi') d\phi' \quad (3.6)$$

L'angle  $\phi'$  donne la position du port d'entrée ou de la source, et  $\phi$  la position du port considéré (port de sortie). Les positions des différents ports sont exprimées par  $\phi = 0$  pour le port d'entrée,  $\phi = 2\pi/3$  pour le port de sortie et  $\phi = -2\pi/3$  pour le port isolé.

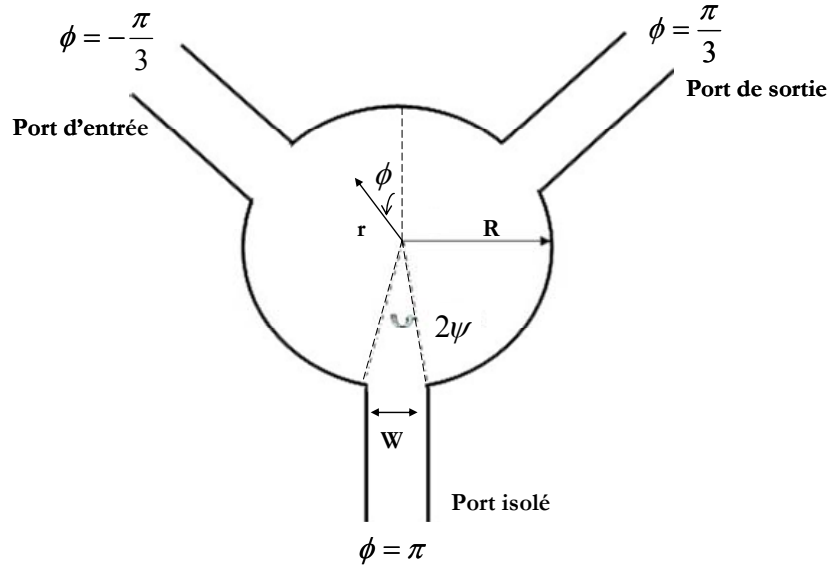


Figure 3.2: Configuration du conducteur central.

Cette fonction de Green a la forme suivante :

$$G(r, \phi; R, \phi') = \frac{jJ_0(kr)}{2\pi Y_e J_0'(kR)} - \frac{1}{\pi Y_e} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\frac{\kappa n J_n(kR)}{\mu kR} \sin n(\phi - \phi') - jJ_n'(kR) \cos n(\phi - \phi')}{\{J_n'(kR)\}^2 - \left\{ \frac{\kappa n J_n(kR)}{\mu kR} \right\}^2} J_n(kr) \quad (3.7)$$

avec  $R$  : le rayon du conducteur circulaire central (cf. Figure 3.2),  $k$  : le nombre d'onde (cf. équation 3.5),  $J_n$  : la fonction de Bessel d'ordre  $n$  et  $Y_e = \sqrt{\frac{\epsilon_0 \epsilon_f}{\mu_0 \mu_{eff}}}$  : l'admittance d'onde effective du matériau ferrite.

A partir de la fonction de Green, on peut définir les termes de la matrice impédance avec :

$$[Z] = [E_z][H_\phi]^{-1} \quad (3.8)$$

Les paramètres  $S$  sont ensuite calculés à partir des paramètres impédances  $Z$ . On retrouve la même approche dans les travaux présentés par Y.S. Wu et F.J. Rosenbaum [6] ainsi que R.E. Neidert et P.M. Phillips [7]. Ces derniers ont étudié les différents types de pertes existantes dans le circulateur et qui ont trois origines:

- les *pertes magnétiques* qui sont prises en considération dans le modèle du matériau magnétique, représentées par le facteur d'amortissement  $\alpha$  et introduites dans les quantités complexes  $\mu$  et  $\kappa$  données par  $\mu = \mu' - j\mu''$  et  $\kappa = \kappa' - j\kappa''$  [8].
- les *pertes diélectriques* introduites dans le calcul des paramètres S en écrivant la constante diélectrique sous la forme complexe. Celle-ci est donnée par  $\epsilon_r = \epsilon_r' - j\epsilon_r''$  où  $\epsilon_r'' = \epsilon_r' \tan \delta$ ,  $\tan \delta$  est la tangente de pertes diélectriques du matériau magnétique. On choisira de la même manière la tangente de pertes diélectrique du matériau diélectrique (substrat) entourant les disques de ferrite.
- Puisque les conducteurs ne sont pas parfaits, à l'interface ferrite-conducteur, en plus des composantes normale du champ électrique et tangentielle du champ magnétique, il existe une petite composante tangentielle du champ électrique et une petite composante normale du champ magnétique. Pour considérer alors ces *pertes dues aux conducteurs*, on dénote  $G_B$  la fonction de Green de Bosma de l'équation 3.7 et la nouvelle équation de Green [7] est écrite :  $G_N = G_B - G_{N1} - G_{N2}$  ;  $G_{N1}$  et  $G_{N2}$  étant les nouveaux termes donnés par :

$$G_{N1} = -\frac{(1+j) J_0'(kr)}{2\pi\sigma\delta J_0'(x)} + \frac{(1-j)}{\pi\sigma\delta} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(ad-bc) \sin[n(\phi-\phi')] - j(ac-bd) \cos[n(\phi-\phi')]}{(c^2-d^2)} \quad (3.9)$$

$$G_{N2} = \frac{(1-j) \kappa J_0'(kr)}{2\pi\sigma\delta \mu J_0'(x)} + \frac{(1+j)}{\pi\sigma\delta} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(ed-gc) \sin[n(\phi-\phi')] - j(ec-gd) \cos[n(\phi-\phi')]}{(c^2-d^2)} \quad (3.10)$$

où  $x=kR$  et :

$$\begin{aligned} a &= J_n'(kr) \\ b &= \frac{\kappa}{\mu} n \frac{J_n(kr)}{kr} \\ c &= J_n'(x) \\ d &= \frac{\kappa}{\mu} n \frac{J_n(x)}{x} \\ e &= \frac{\kappa}{\mu} J_n'(kr) \\ g &= n \frac{J_n(kr)}{kr} \end{aligned} \quad (3.11)$$

Aussi, l'atténuation provoquée par les deux plans parallèles conducteurs est calculée par :

$$\text{Atténuation}(dB) = \frac{8.686R_s l}{\eta h} \quad (3.12)$$

$\eta$  étant l'impédance d'onde du milieu effectif présent entre les deux plans parallèles :

$$\eta = \frac{120\pi}{\sqrt{\epsilon_{eff}}} \text{ avec } \epsilon_{eff} = \frac{c}{f\lambda_g} \text{ la permittivité relative effective, } c \text{ étant la célérité dans le}$$

vide et  $\lambda_g = \frac{4\pi R}{3}$  la longueur d'onde guidée,  $h$  la hauteur du disque de ferrite,  $l$  Longueur qui correspond à un tiers de la circonférence du disque de ferrite ( $2\pi R/3$  ou la distance séparant deux ports consécutifs) et,

$R_s$  la résistance de surface donnée par  $\frac{1}{\delta\sigma}$ ,  $\sigma$  est la conductivité et  $\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f\mu\sigma}}$  la profondeur de peau.

Dans ce qui suit, on considère la couche mince d'hexaferrite de baryum orientée ou plutôt saturée selon un axe perpendiculaire au plan de la couche ce qui rend l'utilisation du modèle de Polder possible. Cela nous permettra de transposer les paramètres déterminés analytiquement à l'étude numérique réalisée à l'aide d'un logiciel 3D d'éléments finis qui utilise le modèle de Polder.

L'aimantation de cette couche d'hexaferrite de baryum est égale alors à l'aimantation à saturation  $M_s$  du matériau massif : 4800 Gauss ou  $382.6 \times 10^3$  A/m. Ce matériau, déjà décrit dans le chapitre 1, a une anisotropie magnétocristalline importante. Il est utilisé comme un matériau magnétique auto-polarisé. Cela évite d'appliquer un champ magnétique statique externe. L'expression du champ magnétique statique interne  $H_i$  est comme suit :

$$H_i = H_{app} + H_a - NM_s = H_a - NM_s \quad (3.13)$$

$H_a$  est le champ d'anisotropie du ferrite de Baryum = 1.7 T =  $1352817 \approx 1400 \times 10^3$  A/m,  $H_{app}$  est le champ magnétique statique appliqué (nul dans ce cas), et  $N_z$  est le facteur démagnétisant selon la direction  $z$  qui est proche de 1 dans le cas d'une couche magnétique mince polarisée perpendiculairement à son plan.

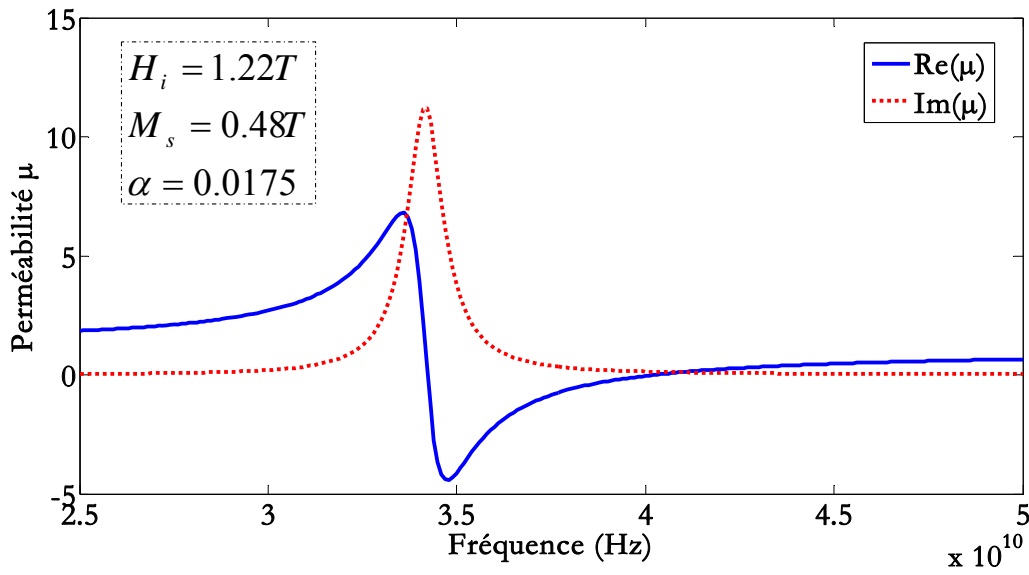


Figure 3.3 : Composante  $\mu$  du tenseur de perméabilité du matériau magnétique en fonction de la fréquence

La perméabilité du matériau magnétique, calculée à partir du modèle de Polder, peut être présentée en fonction de la fréquence pour une valeur fixe du champ interne (cf. Figure 3.3), ainsi qu'en fonction du champ interne pour une valeur fixe de la fréquence de fonctionnement (cf. Figure 3.4).

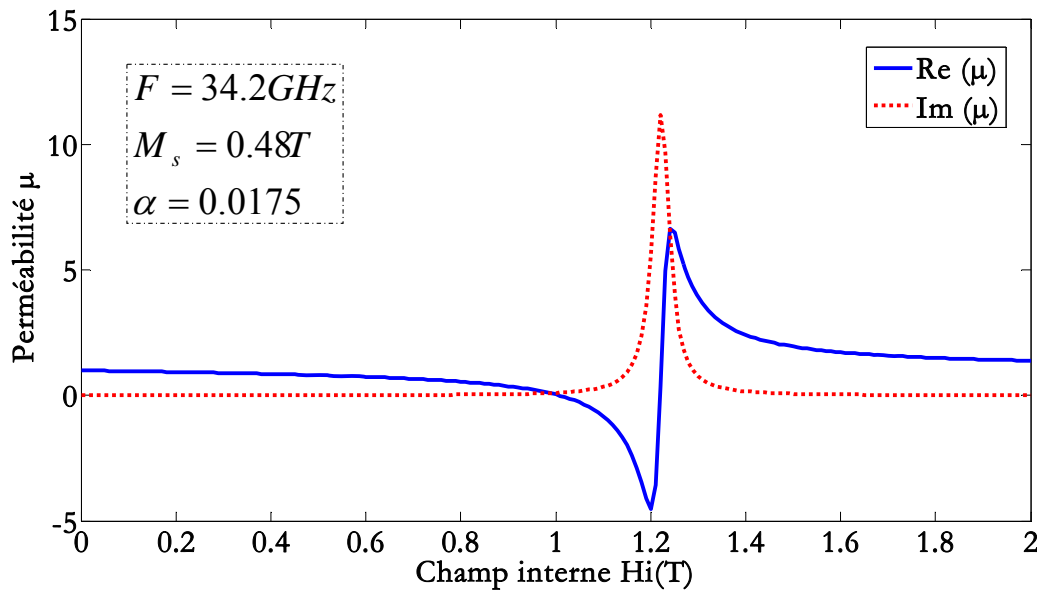


Figure 3.4 : Composante  $\mu$  du tenseur de perméabilité du matériau magnétique en fonction du champ



La résonance de la perméabilité du matériau magnétique « l'hexaferrite de baryum » est observée à 34.2 GHz, on retrouve la valeur 1.22 T du champ interne, qui est le champ d'anisotropie moins le champ démagnétisant ( $H_i = H_a - NM_s$ ). Le circulateur ne fonctionne pas à la fréquence de résonance mais, soit en-dessous soit au-dessus de la résonance. Les fonctionnements dits en-dessous et au-dessus de la résonance s'entendent en champ, autrement dit, lorsque le champ interne est respectivement supérieur ou inférieur au champ nécessaire à la résonance. Cela rend possible notre objectif d'avoir un circulateur qui fonctionne aux fréquences supérieures à 40 GHz.

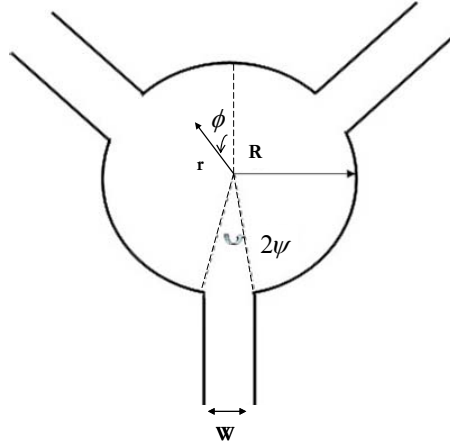
Les caractéristiques des différentes parties constituant le circulateur sont résumées dans ce tableau :

Hexaferrite de Baryum « BaM »	
Permittivité relative « $\epsilon_r$ »	14.2
Tangente de pertes diélectriques « $\tan\delta_e$ »	$10^{-2}$
Aimantation à saturation « $M_s$ »	0.48 T $\approx$ 382.6e3 A/m
Champ interne « $H_i$ »	1.22 T $\approx$ 970e3 A/m
Amortissement « $\alpha$ »	0.0175
Alumine « $Al_2O_3$ »	
Permittivité relative « $\epsilon_d$ »	10
Tangente de pertes diélectriques « $\tan\delta_e$ »	$10^{-2}$
Or	
Conductivité « $\sigma$ »	$41.10^6$ S/m
Perméabilité relative « $\mu$ »	0.99996

**Tableau 3.1: Caractéristiques des différentes parties constituant le circulateur**

Rappelons que la structure triplaque est composée de deux disques de ferrite de baryum entourés de l'alumine, et notons que l'épaisseur du ferrite n'entre pas dans ce calcul analytique. Si nous avons un matériau magnétique saturé sous forme de couche mince, la perméabilité effective est calculée avec le champ interne précédent ( $H_i = H_a - NM_s = 1.7 - 0.48 = 1.22T = 970845.14A/m$ ).

Le circulateur est dimensionné pour opérer à des fréquences supérieures à 40 GHz, nous avons fixé la fréquence de fonctionnement à 41 GHz. Cependant on observe généralement un décalage en fréquence dû à l'approximation des formules utilisées et à la présence de la résonance gyromagnétique proche de la fréquence de circulation.



**Figure 3.5: Coordonnées du conducteur central du circulateur**

Le calcul des coordonnées du conducteur central du circulateur a été réalisé en se servant des formules suivantes :

$$W = 2R \sin \psi \quad (3.14)$$

avec

$$\psi \approx \sin \psi = \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{\pi(\kappa / \mu)}{1.84 \sqrt{\mu_{\text{eff}} / \varepsilon}} \quad (3.15)$$

Ainsi, le rayon des disques de ferrite obtenu est de 465  $\mu\text{m}$ , l'angle de couplage  $\psi$  de la jonction vaut 1.3435 radian et la largeur des lignes d'accès  $W$  correspondante est 905  $\mu\text{m}$ .

A 48.8 GHz, les pertes d'insertion sont de 0.9 dB, le taux de réflexion est de 16 dB qui reste insuffisant et l'isolation vaut 27 dB (cf. Figure 3.6).

C'est le meilleur résultat qui a été obtenu avec les paramètres déjà décrits. On observe un fort décalage à la fréquence souhaitée. Le réglage des différents paramètres avec cette étude est très sensible (proche de la bande résonance), pour cela nous présentons l'étude paramétrique en simulation numérique dans les paragraphes suivants.

La valeur du rayon du disque de ferrite sera conservée dans la structure coplanaire pour la suite.

Notons que l'étude des différents paramètres influençant les performances du circulateur ayant le même type de matériau magnétique a été étudiée précédemment par E. Bènevent [9]. Ainsi l'effet de chaque paramètre est connu, cela nous a permis de choisir des valeurs appropriées (voir plus haut).

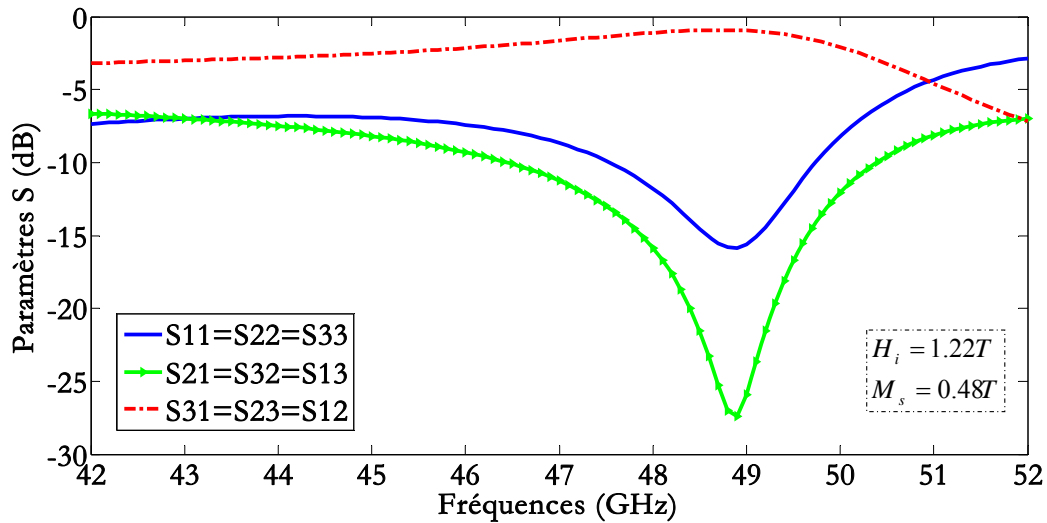


Figure 3.6: Les paramètres S en fonction de la fréquence d'un circulateur triplaque : calcul analytique

### 3.2.2 Modélisation numérique

La modélisation numérique a été réalisée sous Ansoft HFSS. Il s'agit d'un outil de simulation standard pour une simulation électromagnétique en trois dimensions. Il fournit les champs électriques E et magnétiques H, les courants et les paramètres S. C'est un outil de conception d'ingénierie où les utilisateurs n'ont qu'à préciser la géométrie, les propriétés des matériaux et les paramètres de sortie désirés. HFSS générera automatiquement une réponse appropriée, maillage efficace et précis pour résoudre le problème en utilisant la méthode des éléments finis. La précision, la capacité et la performance de HFSS assurent la conception des composants opérant à des hautes fréquences tels que les antennes, composants RF/micro-ondes, etc...

Nous avons simulé le circulateur en topologie triplaque pour vérifier les résultats analytiques et pour assurer la transition vers la topologie coplanaire. Trois structures ont été étudiées en changeant la géométrie des plans de masse. On présentera brièvement ces structures pour vérifier la convergence de leurs résultats et pour introduire la structure coplanaire.

#### 3.2.2.1 Structure Triplaque

Dans cette partie, nous exposons trois différentes structures du circulateur triplaque. Les résultats de simulation électromagnétique donnés par les paramètres S montrent le fonctionnement du circulateur en question. La structure générale du dispositif avec ses différents plans est identique, la différence est dans la géométrie des plans de masse.

Les plans conducteurs sont en général en or ou en cuivre. La partie circulaire du conducteur central ainsi que les disques de ferrite ont été conçu avec un rayon de  $500 \mu\text{m}$  qui est proche de la valeur déterminée par l'étude analytique. Les conducteurs centraux des lignes d'accès ont une largeur ( $W$ ) de  $338 \mu\text{m}$ . Ces valeurs ont été obtenues par optimisation numérique. Les disques de ferrite sont d'hexaferrite de baryum ayant une épaisseur de  $100 \mu\text{m}$  ; les propriétés magnétiques typiques du BaM sont listées dans le Tableau 3.2.

Nous rappelons que nous employons l'hexaferrite de baryum pour bénéficier de sa forte anisotropie magnetocristalline pour éviter d'appliquer un champ externe. Par la suite, le champ d'excitation du composant se limite dans notre cas au champ d'anisotropie du matériau magnétique.

Aimantation à saturation $M_s$	Amortissement $\alpha$	Largeur de résonance à mi-hauteur $\Delta H$	Champ d'excitation $H_0$	Permittivité $\varepsilon$	Tangente de pertes diélectriques $\tan \delta$
0.48 T	0.0175	500Oe	1.7 T	14.2	$10^{-2}$

Tableau 3.2 : Paramètres de l'hexaferrite de baryum

### 3.2.2.1.1 Plans de masse couvrant toute la surface

La structure triplaque, en général, est une structure symétrique par rapport au conducteur central. Deux disques de ferrite sont séparés par le conducteur central, formé d'une partie centrale circulaire et trois lignes d'accès espacées de  $120^\circ$ . Le diélectrique (alumine), entoure ces disques de ferrite. Enfin, deux plans de masse enveloppent de part et d'autre la structure. Le matériau ferrite est aimanté perpendiculairement au plan du disque.

La Figure 3.7 montre les différentes parties de cette structure.

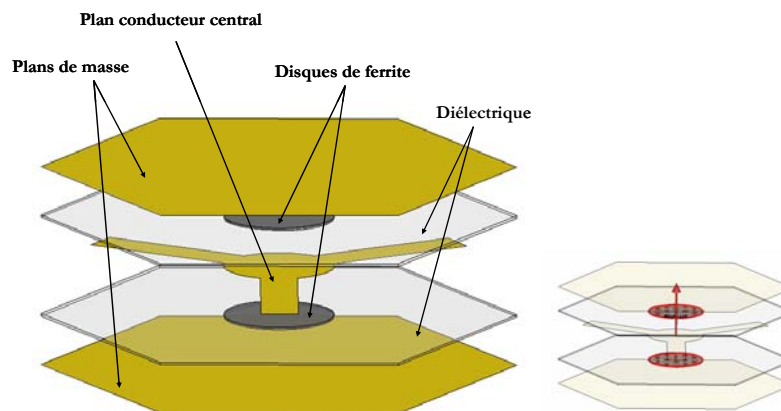


Figure 3.7 : Circulateur triplaque ayant des plans de masse déposés sur toute la surface (à droite on montre la direction de l'excitation magnétique)

### 3.2.2.1.2 Plans de masse ayant la même forme que le plan conducteur central

Ce circulateur diffère de celui qui le précède, comme on l'a déjà indiqué, par ses plans de masse. Ces derniers ont la même géométrie du conducteur central comme la montre la Figure 3.8. Rappelons que les deux plans de diélectrique en alumine sont dans le même plan des disques de ferrite.

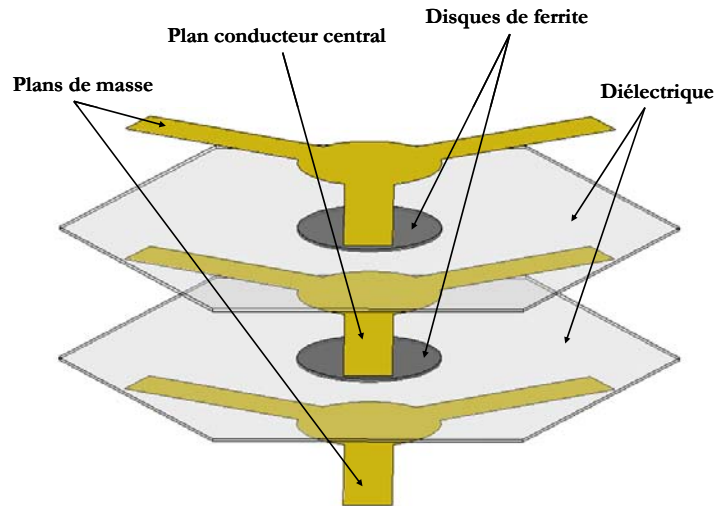


Figure 3.8: Circulateur triplaqué ayant des plans de masse de la même géométrie du plan conducteur

### 3.2.2.1.3 Plans de masse de forme circulaire

Ce circulateur triplaqué a ses plans de masse en forme circulaire avec un rayon égal au rayon des disques de ferrite (500  $\mu\text{m}$ ). Ces plans de masse viennent se déposer directement sur le plan formé par le matériau magnétique entouré par du diélectrique (cf. Figure 3.9).

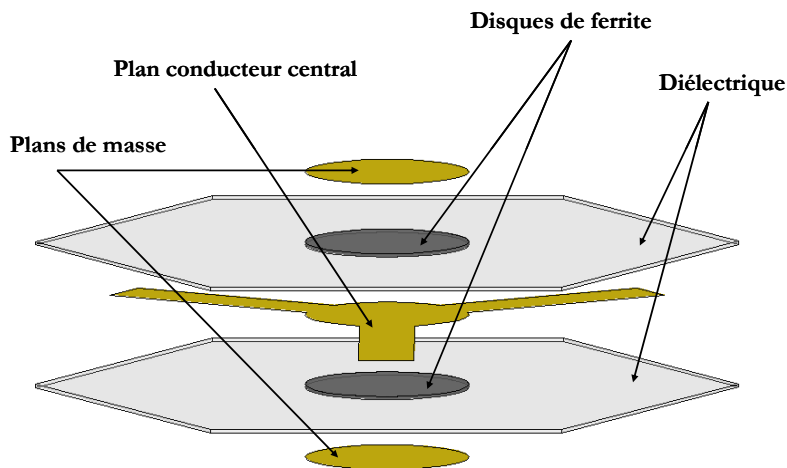


Figure 3.9: Circulateur triplaqué ayant des plans de masse circulaires

Afin d'éviter toute répétition, nous présentons sur une seule figure la courbe des paramètres S. En effet, les fonctionnements des trois structures de circulateurs présentés ci-haut sont identiques.

Les paramètres S montrent le bon fonctionnement de ces circulateurs. A la fréquence de 39 GHz, le circulateur fonctionne en transmettant le signal du port 1 au port 2 avec des pertes d'insertion de 2.4 dB et en bloquant son passage dans l'autre sens. Ces pertes sont élevées. Les niveaux de réflexion ainsi que d'isolation sont 19.96 dB et 21.06 dB respectivement (cf. Figure 3.10). Ceux-ci respectent les critères souhaités de ces deux paramètres: Taux de Réflexion > 20dB, taux d'isolation > 20dB.

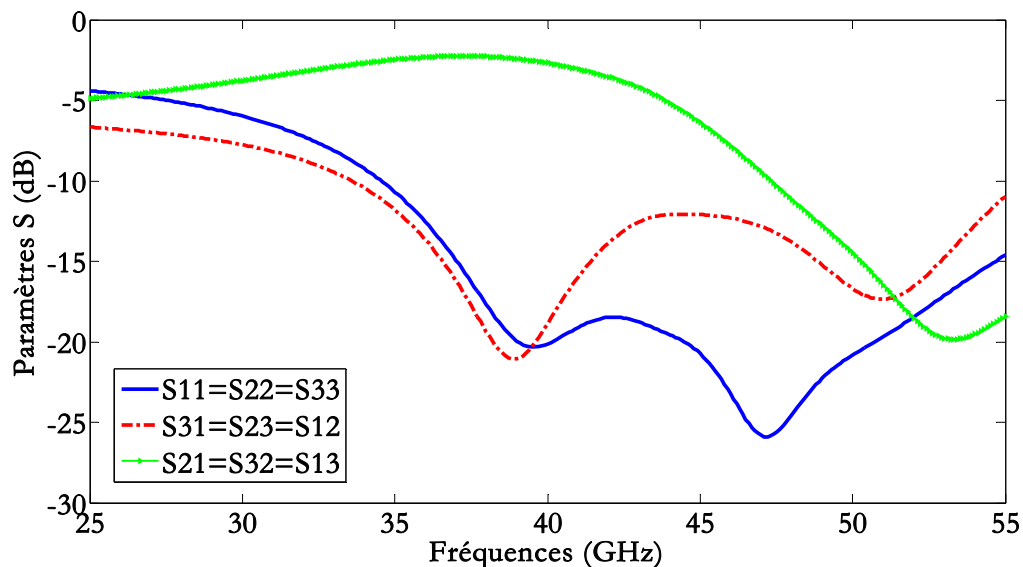


Figure 3.10 : Les paramètres S du circulateur triplaque qui sont pareils pour les trois structures décrites.

Nous n'avons pas optimisé cette structure triplaque car l'objectif de notre travail est d'étudier le circulateur en topologie coplanaire.

### 3.2.2.2 Structure coplanaire

La structure coplanaire comme son nom l'indique, est une topologie ayant ses plans conducteurs dans le même plan. Cette configuration permet de déposer sur le substrat d'alumine d'épaisseur 635  $\mu\text{m}$  une couche de matériau magnétique, et les plans conducteurs (masses et signal). Le circulateur à réaliser dans cette thèse est en topologie coplanaire avec un plan de masse inférieur. Ce dernier permettra une meilleure transition de l'onde propagée des lignes d'accès (horizontalement) vers la partie circulaire du conducteur central (verticalement) [9][10].

Le banc de caractérisation dont dispose le laboratoire LT2C, composé d'un testeur sous pointes équipé de pointes coplanaires, permet de mesurer les performances d'un tel dispositif.

Les lignes d'accès du circulateur sont des lignes coplanaires assurant l'entrée et la sortie du signal hyperfréquence (cf. Figure 3.11). Pour choisir les valeurs des largeurs de la ligne conductrice ainsi que la fente de ces lignes d'accès, nous avons pris en compte les restrictions du modèle de W. Heinrich [11] pour conserver une propagation quasi-TEM sur les lignes d'accès.

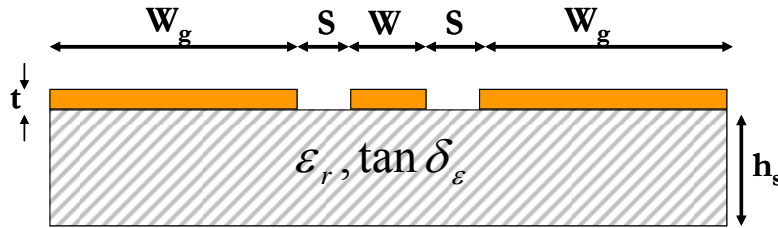


Figure 3.11: Ligne coplanaire CPW

Les deux principales conditions de ce modèle portent sur la fréquence de travail  $f$ , ainsi que sur l'épaisseur du substrat  $h_s$ :

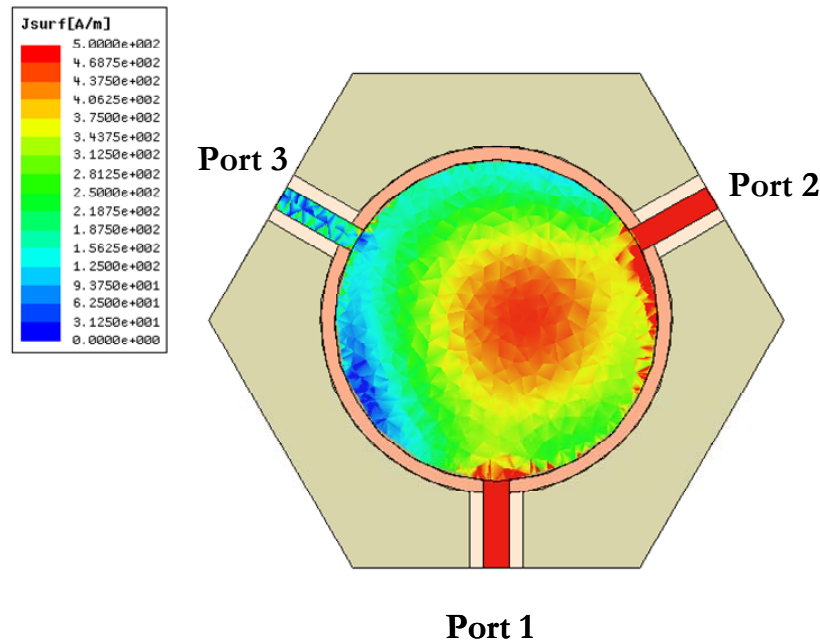
$$f \leq \frac{1}{10} \cdot \frac{1}{\sqrt{\mu_0 \epsilon_0 \epsilon_r}} \cdot \frac{1}{w + 2s} = \frac{1}{10} \cdot \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r}} \cdot \frac{1}{w + 2s} \quad (3.16)$$

$$h_s \geq 2 \cdot (w + 2s)$$

En appliquant les équations précédentes, on peut dire que la propagation est quasi-TEM si la largeur de la ligne conductrice centrale est  $w=72 \mu\text{m}$  et la largeur des fentes de  $S=40 \mu\text{m}$ , en ayant :

$$\begin{cases} f \leq 63\text{GHz} \\ h_s \geq 304\mu\text{m} \end{cases} \quad (3.17)$$

Comme la fréquence à laquelle notre circulateur opère est autour de 40 GHz et le substrat d'alumine employé a une épaisseur de 635  $\mu\text{m}$ , on respecte alors les deux conditions (équation 3.17). Nous avons fixé ces dimensions latérales de la ligne coplanaire tout au long de notre étude numérique ainsi que dans nos réalisations. Notons que ces valeurs de  $W$  et  $S$  permettent d'obtenir une impédance de  $50\Omega$  sur chaque ligne d'accès.



**Figure 3.12: Phénomène de circulation : Signal transmis du port 1 au port 2, port 3 est isolé**

Par ailleurs, la configuration électromagnétique montre la distribution des champs électriques et magnétiques du circulateur (le phénomène de déplacement de champ) (cf. Figure 3.12).

Les configurations électromagnétiques de la Figure 3.12 et de la Figure 3.13 montrent le phénomène de circulation. Le champ électromagnétique a une configuration coplanaire au niveau des lignes d'accès. Tout se passe au centre du circulateur, quand cette onde subit une transition et se propage selon une configuration microruban grâce au plan de masse inférieur déposé en dessous du ferrite. L'opération de circulation dans le circulateur est alors assurée par une transition électromagnétique ainsi que par le phénomène de déplacement de champs. Cette opération peut s'expliquer en rappelant que l'onde plane qui se propage dans le milieu ferrimagnétique se décompose en une onde de polarisation circulaire droite et une onde de polarisation circulaire gauche. L'interférence constructive de ces ondes sur une voie d'accès du circulateur entraîne la transmission du signal, alors que l'interférence destructive sur l'autre voie entraîne l'isolation du signal.



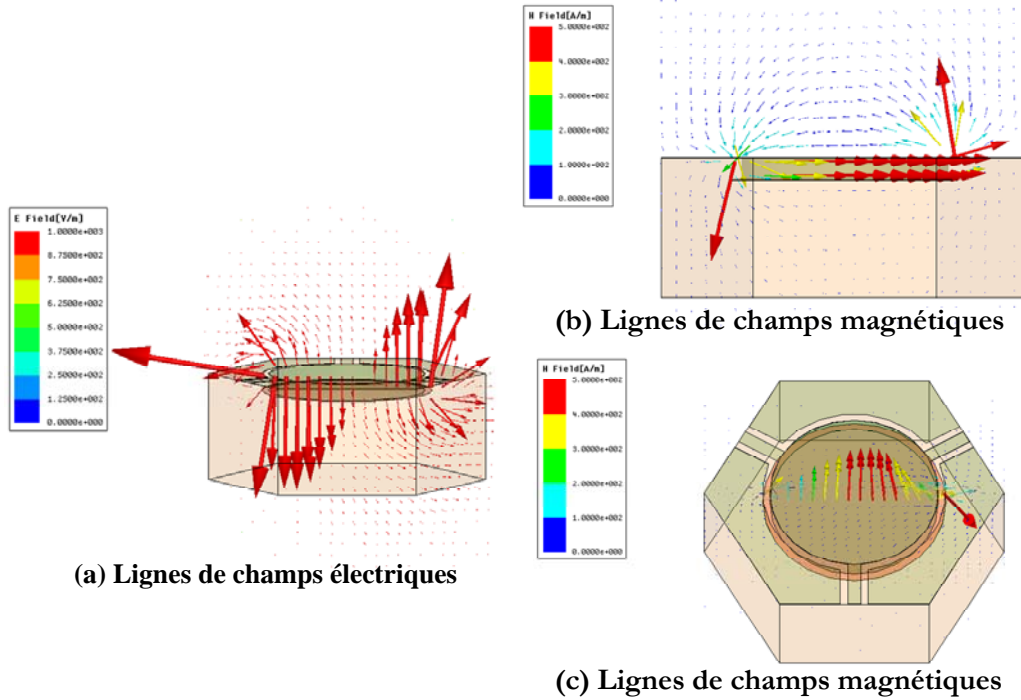


Figure 3.13 : Configuration électromagnétique

Dans la suite, nous avons étudié deux structures, en changeant la forme et les dimensions du matériau magnétique, et en fixant **son épaisseur à 100  $\mu\text{m}$** . Cette épaisseur a été choisie semblable à l'épaisseur du matériau magnétique composite qui sera intégré dans notre circulateur.

Matériau conducteur	Or	Cuivre
Conductivité $\sigma$ (S/m)	$41.10^6$	$58.10^6$
Profondeur de peau $\delta$ (nm)	393	330

Tableau 3.3 : Profondeur de peau en fonction du matériau conducteur

Les plans conducteurs sont de l'or de 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, de conductivité égale à  $41.10^6$  S/m, de perméabilité relative de 0.99996 et une permittivité relative de 1. On rappelle que le matériau conducteur que ce soit de l'or ou du cuivre a très peu d'influence sur les performances du circulateur lorsque l'épaisseur de ferrite est importante [9]. L'épaisseur des plans conducteurs doit être au moins deux fois plus importante que la profondeur de peau (cf. Tableau 3.3). La comparaison de la performance du circulateur ayant des conducteurs d'épaisseurs de 1 et 3  $\mu\text{m}$ , n'a pas montré une différence remarquable sur les performances du circulateur coplanaire (cf. Tableau 3.4).

	Cu 1 $\mu\text{m}$	Cu 3 $\mu\text{m}$	Au 1 $\mu\text{m}$	Au 3 $\mu\text{m}$
<b>Fréquence (GHz)</b>	42.2	42.4	42.3	42.3
<b>Réflexion (dB)</b>	-49.32	-50.59	-46.76	-48.69
<b>Isolation (dB)</b>	-26.54	-24.54	-26.8	-23.97
<b>Transmission (dB)</b>	-0.7	-0.71	-0.71	-0.7

**Tableau 3.4 : Performance du circulateur en fonction du matériau conducteur et son épaisseur : simulation numérique**

Le matériau magnétique, l'hexaferrite de baryum ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) est défini par les caractéristiques suivantes :

- $\epsilon_r=14.2$ , la permittivité relative du ferrite
- $\alpha=0.0175$ , le facteur d'amortissement, ou  $\Delta H=500\text{Oe}$  à la fréquence de 40 GHz
- $\tan\delta_e=10^{-2}$ , tangente de pertes diélectriques

Les caractéristiques diélectriques du substrat d'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  d'épaisseur de 635  $\mu\text{m}$  ont été choisies pour évaluer l'influence des pertes diélectriques :

- $\epsilon_d=10$ , la permittivité relative de l'alumine
- $\tan\delta_e=10^{-2}$ , tangente de pertes diélectriques

Les dimensions géométriques de la structure présentée ci-haut sont résumées dans le tableau suivant :

<b>Dimensions</b>	<b>Valeurs</b>
Largeur du conducteur de la ligne d'accès «W »	72 $\mu\text{m}$
Fente « S »	40 $\mu\text{m}$
Rayon du conducteur circulaire central « R »	465 $\mu\text{m}$
Rayon de la masse inférieure « Rg »	505 $\mu\text{m}$

**Tableau 3.5: Les dimensions du circulateur modélisé.**

On note que le rayon du plan de masse inférieur est égal à la somme du rayon du conducteur circulaire central et de la fente circulaire (dans la suite de notre étude ces valeurs pourront être modifiées).

Nous présentons deux structures ayant différentes géométries de matériau magnétique. Nous garderons celle qui donne de meilleures performances et nous étudierons l'influence des paramètres géométriques.

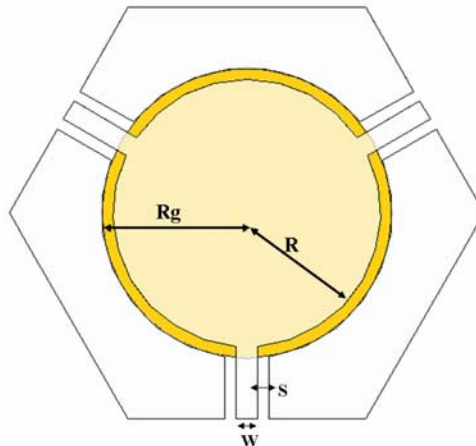


Figure 3.14: Vue en face des dimensions géométriques

### 3.2.2.2.1 Ferrite sous forme d'une couche mince :

Il s'agit d'une couche d'hexaferrite de baryum déposée sur la masse circulaire déposée elle-même sur l'alumine (cf. Figure 3.15).

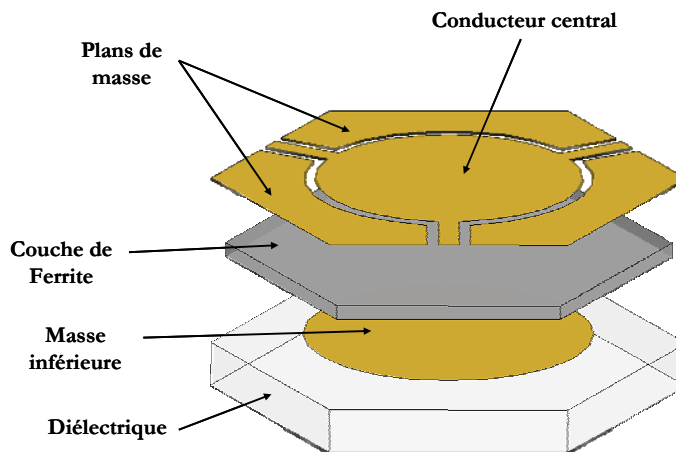


Figure 3.15: Circulateur coplanaire avec une couche mince de ferrite.

La simulation en trois dimensions donne les paramètres  $S$  permettant d'évaluer les performances de ce dispositif (cf. Figure 3.16).

Le signal se propage d'un port à l'autre avec des pertes d'insertions de l'ordre de 0.84 dB, dans l'autre sens le signal est bloqué avec un taux d'isolation de 24.20 dB à la fréquence 38.9 GHz. Les réflexions aux niveaux des ports sont de 17.97 dB. Notons que ces valeurs sont satisfaisantes et montre le bon fonctionnement du dispositif.

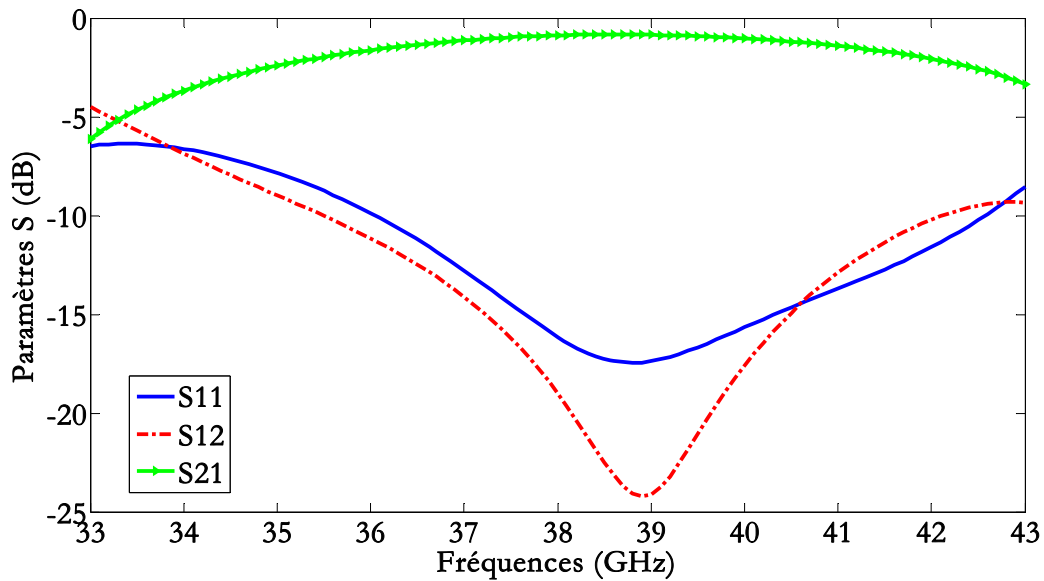


Figure 3.16 : Paramètres S du circulateur coplanaire avec une couche mince de ferrite.

#### 3.2.2.2.2 Ferrite sous forme de disque :

La différence dans cette structure réside dans la géométrie du ferrite, il est déposé dans ce cas, juste au centre, donc sous forme de disque de rayon identique au conducteur circulaire central (465  $\mu\text{m}$ ) (cf. Figure 3.17).

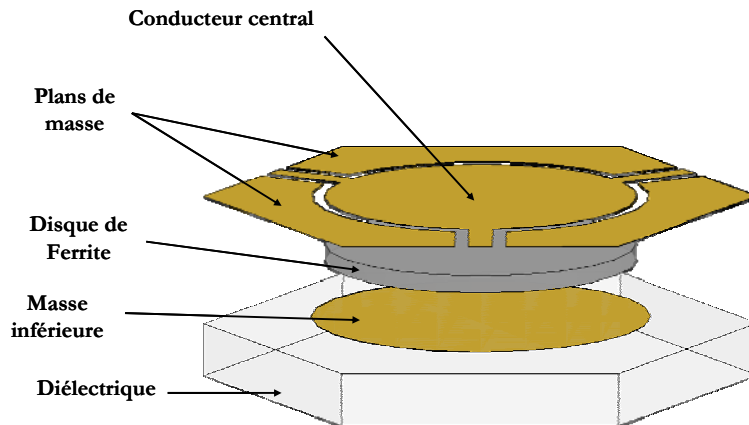


Figure 3.17: Circulateur coplanaire avec un disque de ferrite.

Le taux d'isolation est proche à celui du cas précédent et est 26.62 dB. La réflexion ainsi que les pertes d'insertion ont été améliorées avec cette géométrie. La réflexion passe à 38.27 dB et les pertes d'insertion à 0.7 dB. Cette circulation se fait à 42.2 GHz (cf. Figure 3.18).

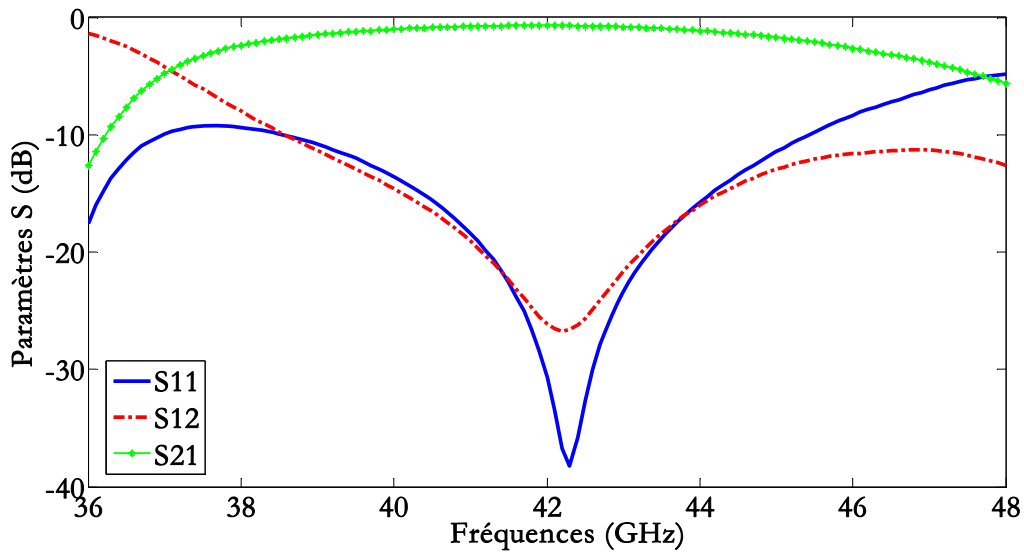


Figure 3.18: Paramètres S du circulateur coplanaire avec un disque mince de ferrite.

Cette deuxième structure a donné de meilleures performances surtout au niveau des pertes d'insertion. Dans l'étude qui suit, on conserve cette structure pour étudier l'effet d'autres paramètres.

### 3.2.2.2.3 Variation du rayon du disque de ferrite

Le changement de la valeur du rayon du disque de ferrite fait varier la fréquence de travail du circulateur ainsi que les paramètres S.

Rayon du disque de ferrite ( $\mu\text{m}$ )	Pertes d'insertion (dB)	Isolation (dB)	Réflexion (dB)	Fréquence (GHz)
365	-0.97	-18.96	-13.99	44.10
405	-0.79	-23.16	-17.41	43.40
<b>465</b>	<b>-0.7</b>	<b>-26.74</b>	<b>-40.33</b>	<b>42.20</b>
505	-0.77	-27.85	-19.78	40.30
555	-0.82	-25.64	-18.27	39.80

Tableau 3.6: Influence du rayon du disque de ferrite sur les performances du circulateur.

Les performances sont meilleures quand on conserve un rayon de 465  $\mu\text{m}$  (cf. Tableau 3.6 et Figure 3.19). Nous obtenons des pertes minimales et des valeurs d'isolation et de réflexion respectant parfaitement les critères recherchés ( $>20\text{dB}$ ).

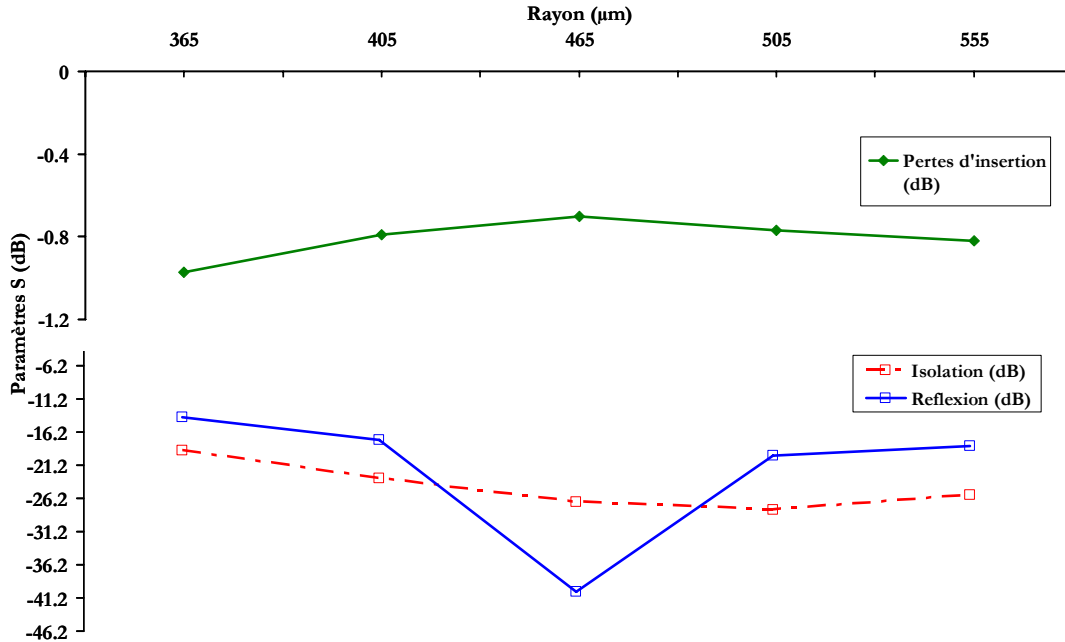


Figure 3.19: Paramètres S en fonction du rayon du disque de ferrite

#### 3.2.2.2.4 Variation de l'épaisseur du disque de ferrite

En diminuant l'épaisseur du disque de ferrite, les performances du circulateur se dégradent (valeur initiale 100 µm).

Épaisseur du disque de ferrite (µm)	Pertes d'insertion (dB)	Isolation (dB)	Réflexion (dB)	Fréquence (GHz)
<b>100</b>	<b>-0.69</b>	<b>-28.87</b>	<b>-33.02</b>	<b>42</b>
75	-0.79	-28.42	-19.74	41.90
50	-1.17	-17.26	-12.72	42.20
25	-1.06	-25.68	-20.63	35.10

**Tableau 3.7: Influence de l'épaisseur du disque de ferrite sur les performances du circulateur.**

Les pertes d'insertion augmentent quand l'épaisseur du ferrite diminue. Les niveaux de réflexion et d'isolation se dégradent (cf. Tableau 3.7 et Figure 3.20). Nous conserverons l'épaisseur du ferrite fixe à 100 µm dans la suite.

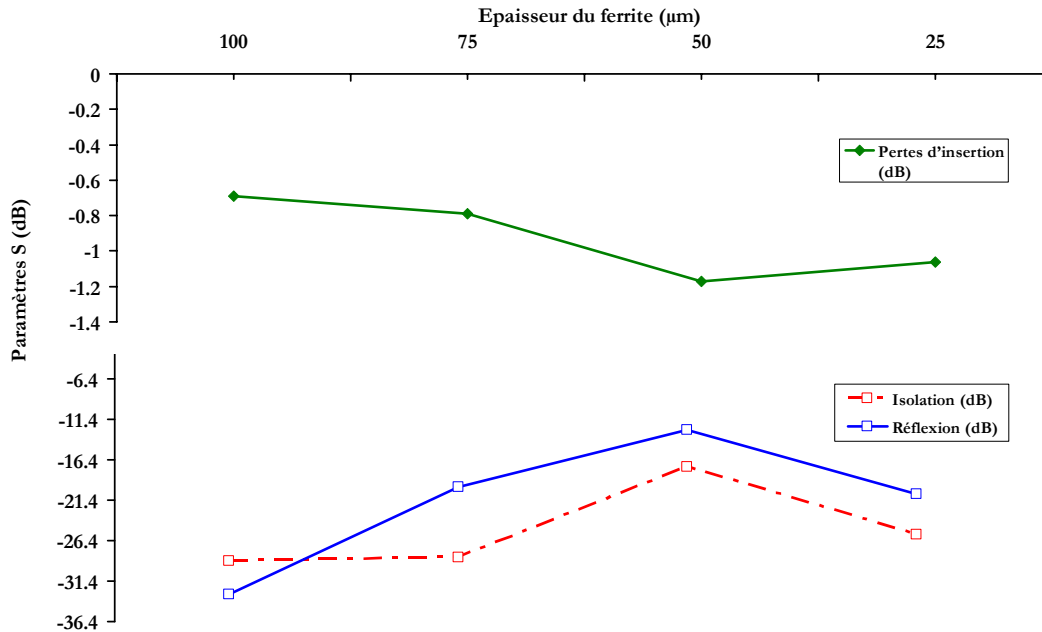


Figure 3.20: Paramètres S en fonction de l'épaisseur du ferrite

### 3.2.2.2.5 Variation de la fente circulaire

Dans cette étude nous conservons la valeur de la fente des lignes d'accès à 40 µm et nous faisons varier la partie circulaire de la fente entourant le conducteur circulaire central.

Fente circulaire (µm)	Pertes d'insertion (dB)	Isolation (dB)	Réflexion (dB)	Fréquence (GHz)
40	-0.69	-28.87	-32.67	42
50	-0.69	-23.85	-40.87	42.10
60	-0.71	-21.91	-33.74	42.40
70	-0.73	-22.72	-32.99	42.40

Tableau 3.8: Influence de la largeur de la fente circulaire sur les performances du circulateur

On constate que nos valeurs initiales correspondaient à une géométrie assurant les meilleures performances du circulateur (cf. Tableau 3.8 et Figure 3.21).

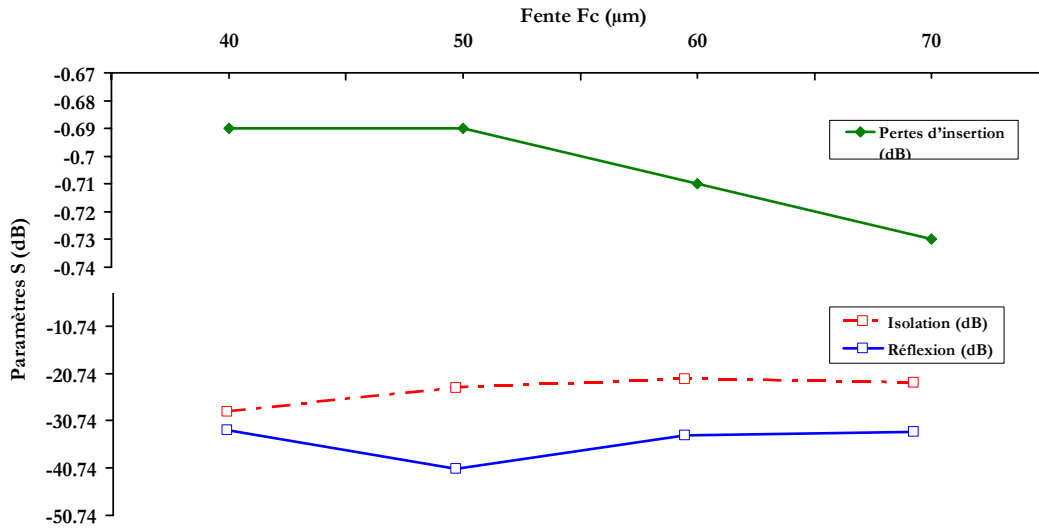


Figure 3.21: Paramètres S en fonction de la largeur de la fente circulaire

### 3.3 Modélisation du circulateur avec un matériau composite

Après avoir étudié le circulateur en concevant son matériau magnétique sous forme de couche homogène, il nous faut étudier et dimensionner un circulateur ayant un matériau magnétique composite.

#### 3.3.1 Modélisation analytique

Nous rappelons que la modélisation analytique se fait pour un circulateur en topologie *triplaque* car on ne dispose pas de modèle théorique pour modéliser le circulateur dans sa topologie coplanaire. Le modèle de Polder ainsi que le modèle développé au laboratoire LT2C sont appliqués pour l'évaluation des performances du circulateur à matériau magnétique composite.

##### 3.3.1.1 Modélisation avec le modèle de Polder simplifié

Dans un matériau magnétique composite nous devons prendre en compte la concentration de particules magnétiques dispersées dans ce matériau. C'est un facteur fondamental pour la modélisation du circulateur. On note « P » la proportion volumique en nanoparticules magnétiques. Dans cette partie, nous utilisons le modèle de Polder en modifiant simplement les valeurs de l'aimantation à saturation et de la permittivité en fonction de la concentration volumique pour avoir une première indication des performances du circulateur. On suppose par conséquent que le matériau est parfaitement orienté.

L'aimantation à saturation de ce matériau s'écrit donc :



$$(M_s)_{composite} = M_s * P \quad (3.18)$$

avec  $M_s$  l'aimantation à saturation de l'hexaferrite de baryum massif ou d'une particule (0.48 T) et P la proportion volumique ou concentration en matériau magnétique.

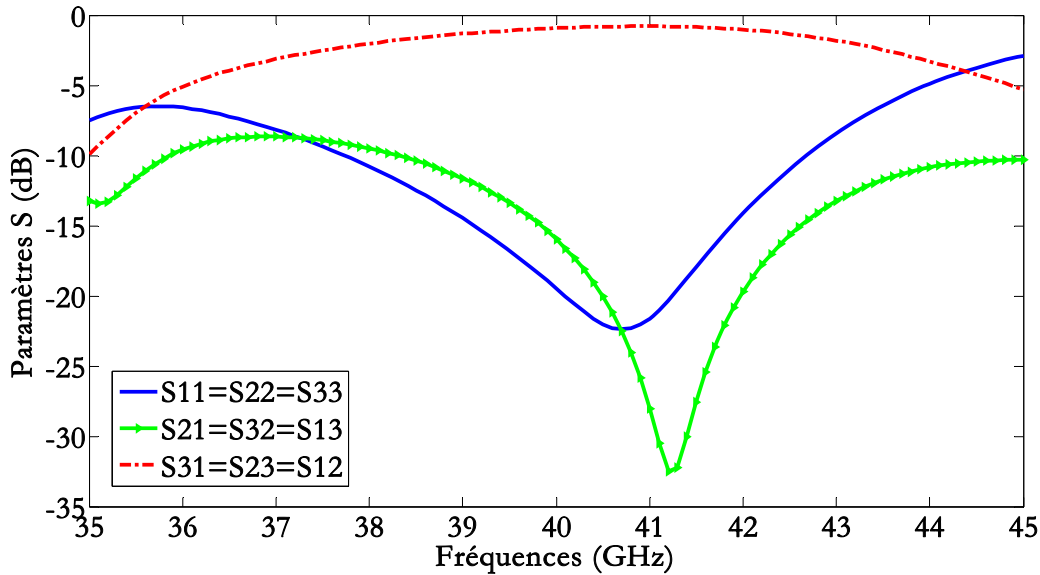
En raison des difficultés technologiques rencontrées (cf. chapitre 2) pour atteindre des concentrations importantes, on a fixé la valeur de la proportion volumique à 15% ( $P=0.15$ ). Ceci conduit aux nouvelles valeurs des paramètres suivants :

$$(M_s)_{composite} = M_s * P = 0.48 * 0.15 = 0.072T = 57.4e3A/m$$

$$\varepsilon = (P * \varepsilon_{NP_s}) + ((1 - P) * \varepsilon_{SU8}) = 0.15 * 14.2 + 0.85 * 4.1 = 5.615$$

La valeur de la permittivité de la résine SU8 est 4.1 (cf. Annexe E).

Le calcul analytique (équations cf. paragraphe 3.2.1) conduit, pour un circulateur ayant les propriétés recherchées, à un conducteur central de rayon 1.1 mm d'un angle de couplage  $\psi$  de la jonction à 0.1359 radian et d'une largeur des lignes d'accès W correspondante à 292.92  $\mu\text{m}$ .



**Figure 3.22:** Les paramètres S calculés analytiquement du circulateur à base de matériau composite.

À 41.2 GHz, les pertes d'insertion sont de 0.8064 dB, le taux de réflexion est de 20.32 dB et l'isolation vaut 32.5 dB (cf. Figure 3.22). Ces performances sont bonnes malgré une faible concentration magnétique. Il convient de noter cependant que le matériau composite est supposé saturé, cela sous-entend que toutes les particules sont alignées et orientées verticalement. Nous pouvons supposer que ces résultats sont assez

éloignés de la réalité. Il est étonnant qu'avec une faible concentration ils soient aussi bons. En fait il faut utiliser un modèle prenant en compte la dispersion et l'orientation non homogène des particules ainsi que leur interaction.

### **3.3.1.2 Modélisation avec le modèle développé au LT2C**

Le modèle développé au laboratoire LT2C (cf. Chapitre 2, paragraphe 2.5) est utilisé pour calculer les paramètres S du circulateur. Nous présentons quelques exemples en fixant/modifiant respectivement les valeurs de la concentration volumique en particules magnétiques et le pourcentage d'orientation ( $M/M_s$ ).

Nous notons que les résultats présentés dans la suite ont été obtenus en fixant la valeur de l'aimantation à saturation à 100 kA/m et le champ d'anisotropie à 2.2 T. Ces valeurs sont différentes de celles de l'hexaferrite de baryum. Pour modéliser le circulateur avec du BaM, nous devons modifier le programme de simulation analytique car avec les valeurs de ce matériau nous avons observé quelques problèmes de calculs numériques avec le logiciel utilisé. Ce travail est en cours, cependant, pour une première approche permettant de tester l'aptitude du modèle à modéliser un circulateur triplaqué avec un matériau nanocomposite, nous avons décidé de présenter les résultats obtenus avec les valeurs indiquées.

#### **3.3.1.2.1 Performances du circulateur en fonction de l'orientation pour différentes valeurs de concentration**

Nous présentons les performances du circulateur en fixant la valeur de la concentration à 15, 50 et 70 % respectivement. Ce sont des valeurs de concentrations qu'on espère atteindre expérimentalement. Pour chacune de ces valeurs, nous montrons l'effet de l'orientation sur le fonctionnement du circulateur.

##### **Concentration 15 % :**

Dans la Figure 3.23 nous présentons l'effet de l'orientation sur les performances du circulateur avec un matériau composite concentré à 15 %. Comme cela était attendu, plus le matériau est orienté, plus le composant devient non réciproque. Cette non-réciprocité à 40 GHz augmente de 0.581 dB pour une orientation de 15 % à 1.912 dB pour une orientation de 98 %. Les pertes d'insertion restent élevées, 2.54 dB pour un matériau saturé concentré à 15 %.

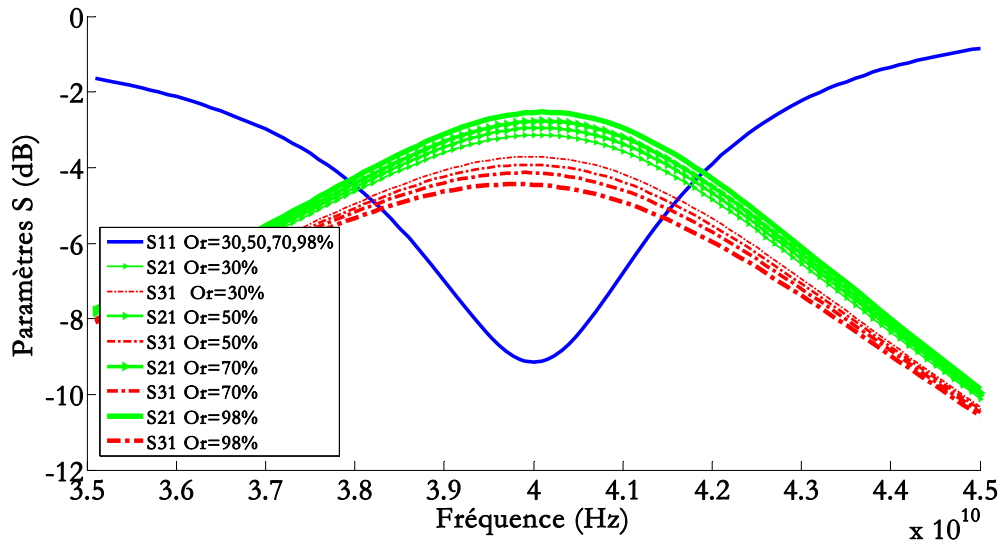


Figure 3.23 : Paramètres S du circulateur avec un matériau composite concentré à 15 % avec différentes valeurs d'orientations (« Or »)

#### Concentration 50 % :

Dans la figure suivante, nous remarquons l'évolution des paramètres S en fonction de l'orientation du nanocomposite magnétique. La non réciproité est observée à 40 GHz et elle augmente de 1.865 à 6.342 dB avec un matériau orienté à 30 % et 99 % respectivement. Aussi, les pertes d'insertion diminuent de 2.37 à 0.93 dB. Les réflexions diminuent avec l'orientation (cf. Figure 3.24).

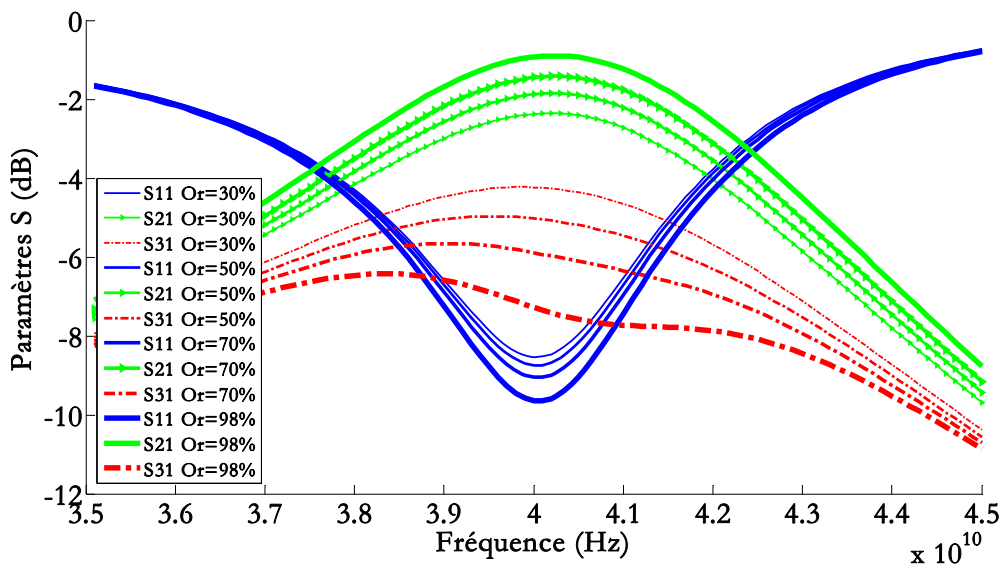
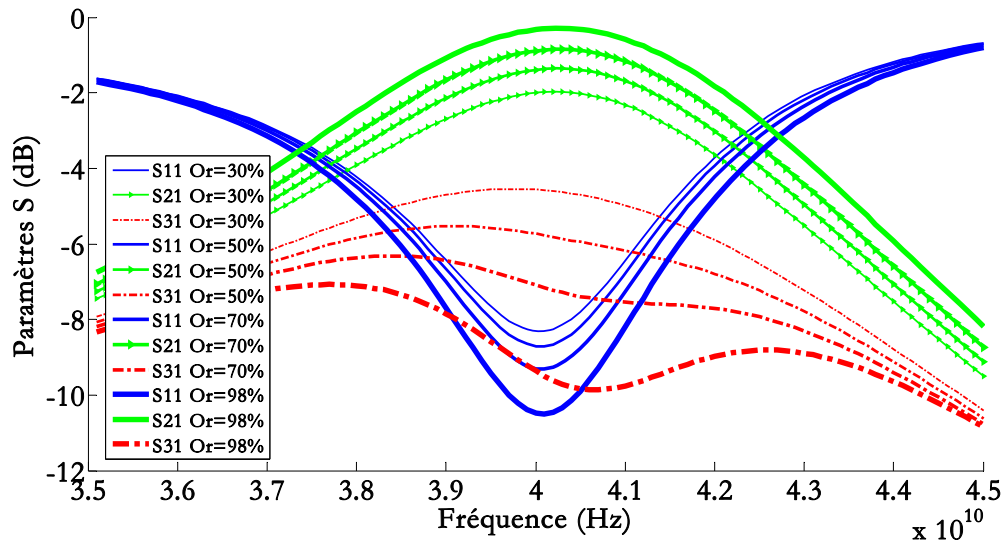


Figure 3.24 : Paramètres S du circulateur avec un matériau composite concentré à 50 % avec différentes valeurs d'orientations (« Or »)

**Concentration 70 % :**

Des effets similaires sont observés avec une concentration de 70 % en nanoparticules magnétiques. La non réciprocity du circulateur augmente de 2.561 pour un matériau orienté à 30 % à 9 dB pour un matériau composite saturé. Les pertes d'insertion sont plus faibles dans ce cas et elles diminuent de 2 à 0.33 dB (cf. Figure 3.25).



**Figure 3.25 : Paramètres S du circulateur avec un matériau composite concentré à 70 % avec différentes valeurs d'orientations (« Or »)**

Les résultats présentés montrent qu'avec l'augmentation de l'orientation et la concentration volumique en matériau magnétique, les effets non réciproques augmentent. Cela s'explique simplement car, la composante  $\kappa$  augmente avec l'orientation. Ce terme du tenseur est celui qui permet au composant d'être non réciproque. Les pertes d'insertion diminuent surtout avec la concentration volumique.

### **3.3.1.2.2 Performances du circulateur en fonction de la concentration pour différentes valeurs d'orientation**

Nous présentons dans ce paragraphe, d'une autre manière l'influence des deux paramètres, orientation et concentration volumique, sur les performances du circulateur modélisé. Nous prenons les cas d'un matériau non orienté (0 %), semi-orienté (50 %) et saturé (98 %) respectivement. Pour chacune de ces valeurs, nous faisons varier la concentration du matériau magnétique en nanoparticules magnétiques.

**Orientation 0 % :**

Le matériau magnétique est considéré orienté aléatoirement ; aucun champ d'élaboration n'a été appliqué. Comme attendu, aucun effet non réciproque n'est

visibles. Lorsque la concentration volumique augmente, les pertes d'insertion diminuent légèrement de 3.42 à 3.12 dB (cf. Figure 3.26).

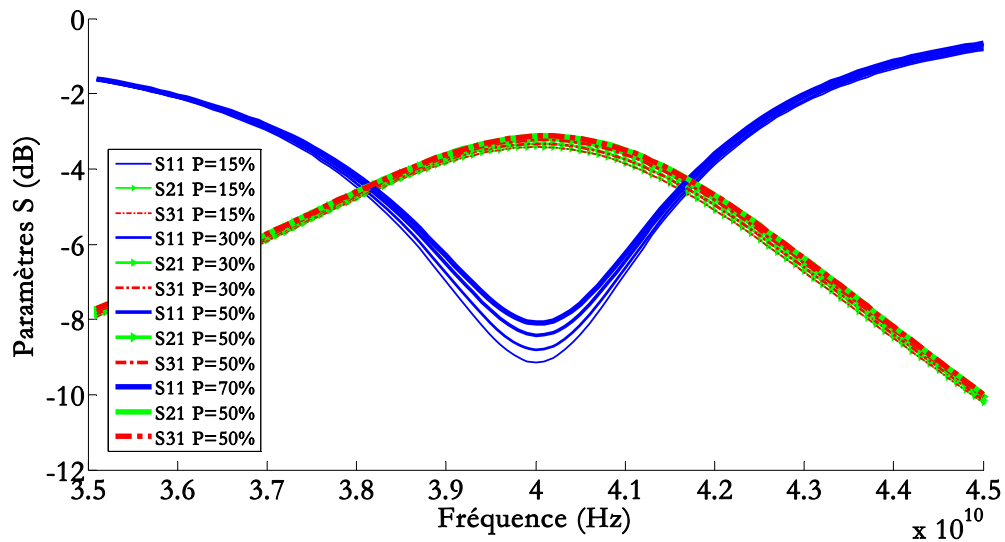


Figure 3.26: Paramètres S du circulateur avec un matériau composite aléatoirement orienté avec différentes valeurs de concentration volumique (« P »)

#### Orientation 50 % :

En fixant l'orientation des nanoparticules à 50 %, les effets non réciproques augmentent de 0.976 à 4.349 dB, et les pertes d'insertion diminuent de 2.95 à 1.387 dB en augmentant la concentration volumique des particules magnétiques (cf. Figure 3.27).

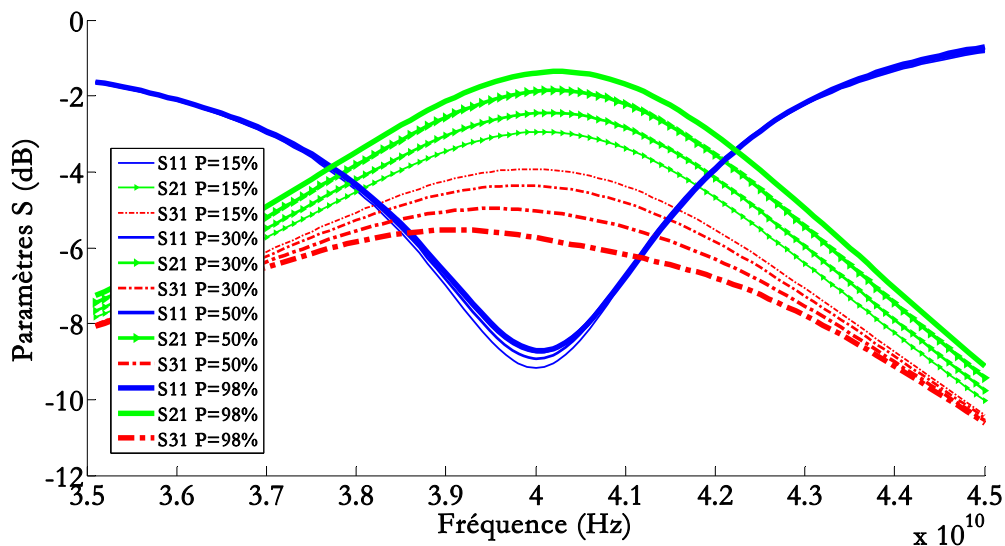
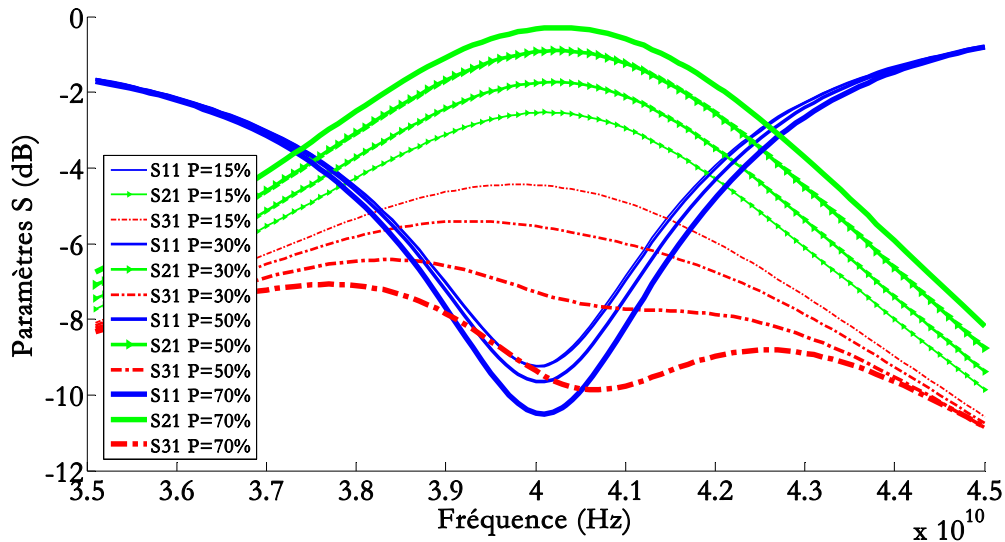


Figure 3.27 : Paramètres S du circulateur avec un matériau composite orienté à 50 % avec différentes valeurs de concentration volumique (« P »)

**Orientation 98 % :**

**Figure 3.28 : Paramètres S du circulateur avec un matériau composite orienté à 98 % avec différentes valeurs de concentration volumique (« P »)**

Pour un matériau saturé, les effets non réciproques augmentent de 1.912 à 9 dB, les pertes d'insertion diminuent de 2.538 à 0.33 dB en augmentant la concentration des particules magnétiques (cf. Figure 3.28).

Notre modèle développé semble prédire raisonnablement le comportement effectif du matériau magnétique composite. Ainsi le fonctionnement du circulateur varie en fonction de la proportion volumique « P » et l'état d'aimantation ou orientation. Il est évident que de meilleures performances sont obtenues avec une grande concentration et une meilleure orientation. On se rapproche alors du comportement du matériau magnétique massif saturé.

### **3.3.2 Modélisation numérique**

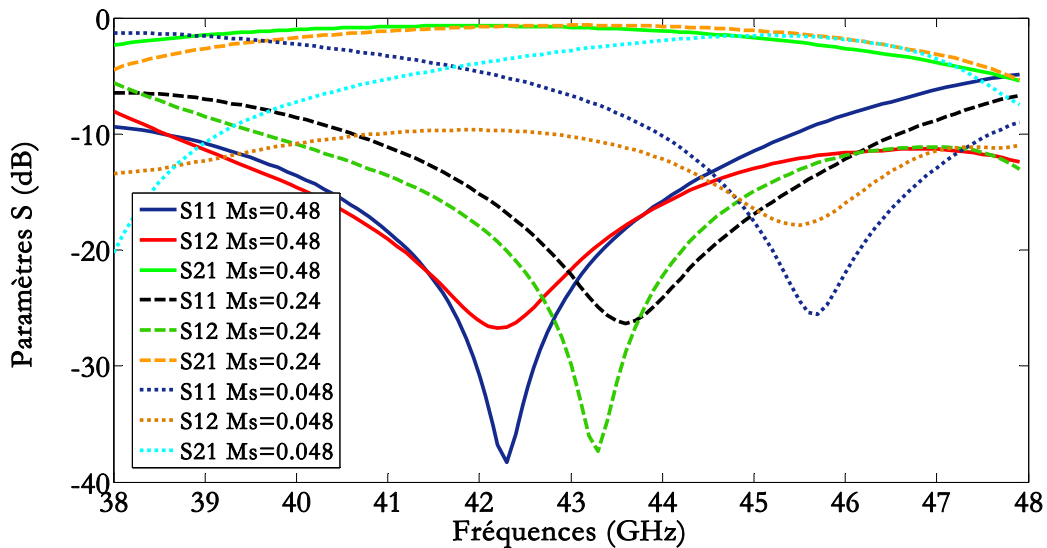
L'impossibilité de représenter un matériau magnétique composite aléatoirement distribué et orienté avec un logiciel de simulation numérique commercial employant la méthode des éléments finis (HFSS), limite la possibilité de simuler la structure réelle en topologie coplanaire. Les dimensions nanométriques des particules magnétiques compliquent et rendent impossible la simulation numérique. De ce fait, on s'est limité à quelques simulations permettant d'avoir une idée du fonctionnement d'un tel circulateur en modifiant les propriétés du matériau magnétique et en utilisant des macro-particules orientées verticalement.

### 3.3.2.1 Massif avec changement de $M_s$

Dans cette structure, nous avons gardé les dimensions géométriques décrites dans le paragraphe 3.2.2.2 ainsi que la couche magnétique en forme de disque d'hexaferrite de baryum de 100  $\mu\text{m}$ . Seulement la valeur de l'aimantation à saturation a été modifiée. L'aimantation à saturation d'un matériau composite s'écrit en fonction du volume du matériau magnétique.

Nous avons donné plusieurs valeurs à l'aimantation à saturation du ferrite en disque en modifiant la valeur de la proportion volumique: 0.48 T pour une saturation à 100 % qui est le cas d'un matériau massif, 0.24 T pour une concentration de 50 % et 0.048 T pour une concentration de 10 %.

Comme cela était prévisible, les performances se dégradent en diminuant la concentration en matériau magnétique. Mais le circulateur reste plutôt opérationnel même avec une concentration réduite à 10 % (cf. Figure 3.29).



**Figure 3.29: Performances des circulateurs ayant différentes valeurs d'aimantations symbolisant la proportion volumique en matériau magnétique (100% - 50% - 10%)**

En diminuant la concentration en particules magnétiques, la valeur de l'aimantation à saturation du matériau global diminue. Par la suite, le champ interne du matériau effectif augmente (diminution du champ démagnétisant) ce qui explique le décalage de la fréquence de circulation dans le Tableau 3.9.

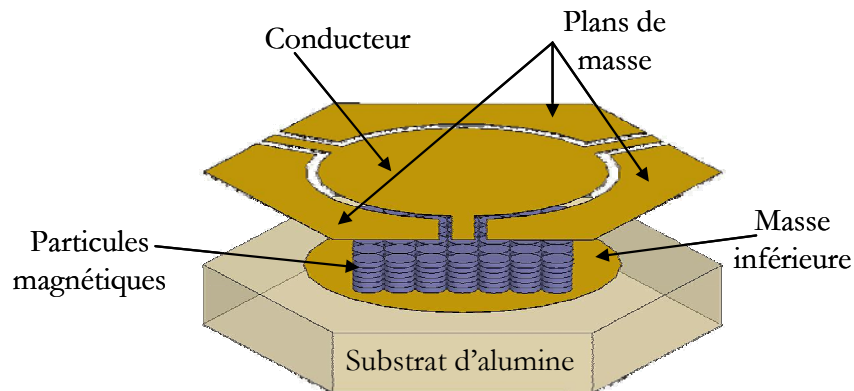
Concentration	Pertes d'insertion (dB)	Isolation (dB)	Réflexion (dB)	Fréquence (GHz)
100 %	-0.6987	-26.74	-36.77	42.2
50 %	-0.6363	-37.39	-24.89	43.3
10 %	-1.556	-17.86	-24.44	45.5

**Tableau 3.9: Performances des circulateurs avec diverses concentrations**

### 3.3.2.2 « Nanoparticules » sous forme de petits cylindres

Dans cette structure, le ferrite est représenté sous forme de petits disques cylindriques. Ceux-ci se touchent et sont organisés suivant une matrice de sept colonnes, six lignes et six couches. C'est une première approche pour tester les possibilités du logiciel HFSS. Les dimensions géométriques ainsi que les différentes caractéristiques du circulateur sont conservées.

Notons que ces disques n'ont pas les dimensions nanométriques réelles des particules d'hexaferrite de baryum: ces cylindres ont des rayons de 50  $\mu\text{m}$  et une épaisseur de 16  $\mu\text{m}$ . L'ensemble est formé de 252 disques (cf. Figure 3.30). En considérant que le matériau composite total est de forme rectangulaire au centre, la concentration volumique est  $V_{\text{particules}}/V_{\text{total}} = 78.33\%$ . Cette structure est assez compliquée à simuler numériquement, et nécessite des temps de calculs relativement longs.



**Figure 3.30: Circulateur coplanaire à base de particules magnétiques d'hexaferrite de baryum.**

Nous avons présenté dans le chapitre 2 les nanoparticules d'hexaferrite de baryum ayant une forme de plaquettes hexagonales et une taille moyenne de 200 nm. C'est ce que nous avons essayé de reproduire ici. De bonnes performances ont été obtenues avec cette structure de circulateur comme le montre la Figure 3.31.



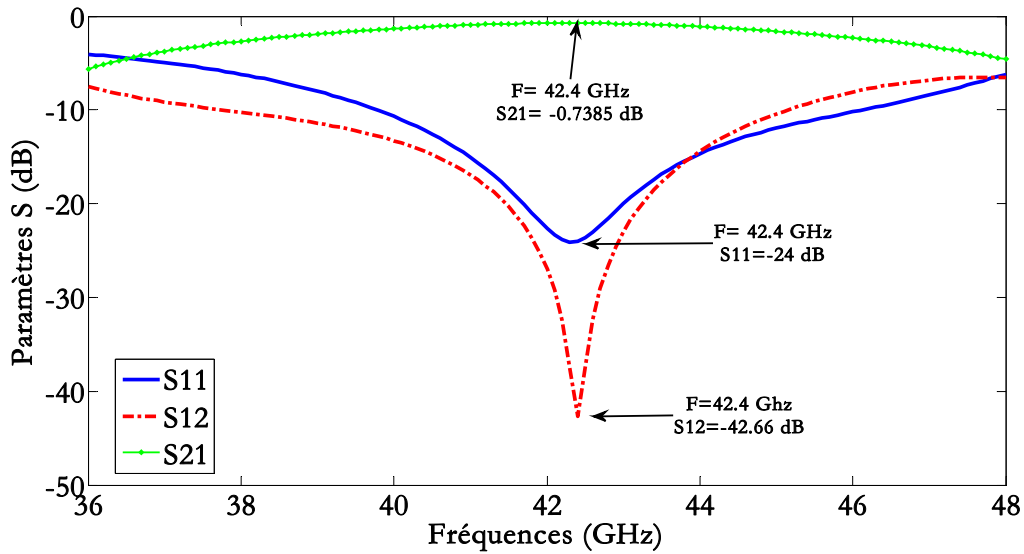


Figure 3.31: Paramètres S du circulateur à base de particules magnétiques.

### 3.3.2.3 Ferrite rectangulaire

Ayant obtenu de bonnes performances avec les petits disques de ferrite dans la structure précédente organisés sous forme de matrice, nous avons voulu savoir si, en concevant un ferrite rectangulaire de mêmes dimensions que la matrice, on obtient aussi de bonnes performances (cf. Figure 3.32). Cela nous permettra de déterminer si le rétrécissement du matériau magnétique et sa forme affectent les performances du circulateur

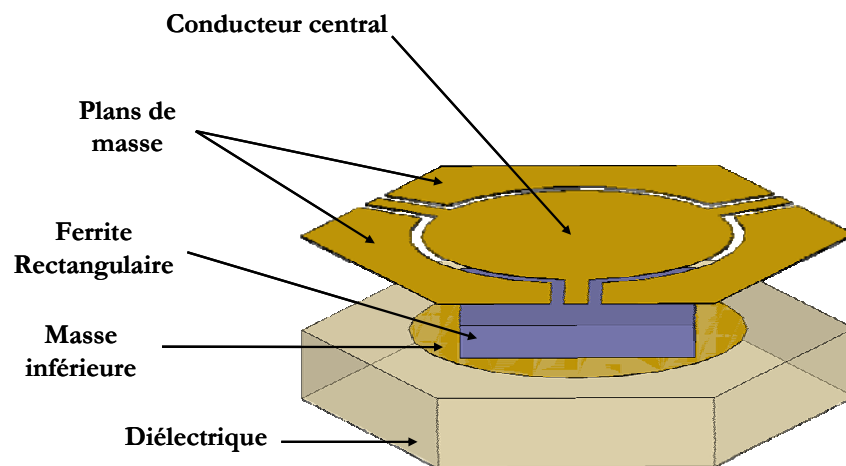


Figure 3.32: Circulateur avec un ferrite rectangulaire

Les pertes d'insertion sont toujours acceptables, mais les autres paramètres S se dégradent. Les dimensions de l'ensemble, ainsi que de la forme du matériau magnétique sont directement impliquées dans cette dégradation, car le phénomène de

circulation, comme on pouvait le supposer, est affecté par l'absence de matériau sur la circonférence (conditions aux limites modifiées). Notons aussi que le champ démagnétisant est réduit impliquant l'augmentation de la fréquence de circulation.

Ferrite Rectangulaire	Pertes d'insertion (dB)	Isolation (dB)	Réflexion (dB)	Fréquence (GHz)
0.6 x 0.7 mm <sup>2</sup>	-0.7628	-23.22	-17.78	43.5

**Tableau 3.10 : Performance du circulateur avec un matériau magnétique rectangulaire.**

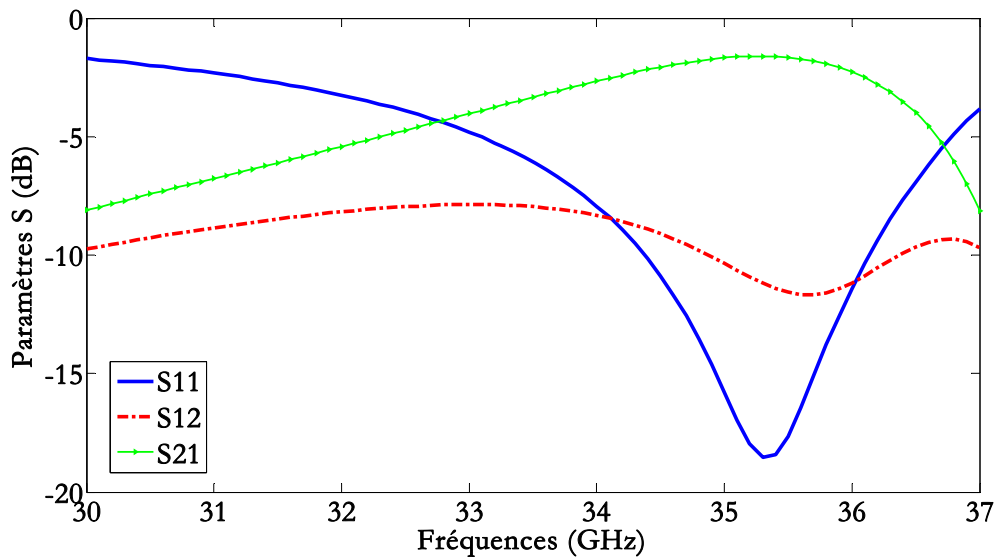
### 3.3.2.4 Couche nanocomposite

Suite à l'étude analytique du paragraphe 3.3.1.1, on a conçu le circulateur avec un matériau magnétique ayant de nouvelles propriétés magnétiques (aimantation à saturation  $M_s$ ) et diélectrique (la permittivité relative du matériau) impliquant l'utilisation de nouveaux paramètres géométriques du composant.

Ce circulateur a donc un rayon de conducteur central de 1 mm. Les dimensions latérales des lignes d'accès ayant toujours les mêmes valeurs ( $W=72 \mu\text{m}$  et  $S=40 \mu\text{m}$ ), le rayon de la masse inférieure devient 1.04 mm. Ces valeurs ont été obtenues à partir de l'étude analytique suivie d'une optimisation numérique.

Nous précisons que nous avons essayé de nous approcher le plus possible de la structure à réaliser. De ce fait, nous avons choisi, comme première étape, de déposer le matériau magnétique sous la forme d'une couche magnétique sur toute la surface (cf. Figure 3.15), ceci pour simplifier les étapes technologiques du procédé de fabrication. Ce matériau magnétique a alors une permittivité de 5.615 (cf. paragraphe 3.3.1.1) et une valeur d'aimantation à saturation de 0.072 T (correspondante à une concentration de 15 %).

Les paramètres S sont obtenus après la simulation numérique. La circulation du circulateur se fait à 35.4 GHz avec des pertes d'insertion de 1.617 dB. La réflexion et l'isolation ont des valeurs respectives de 18.43 et 11.14 dB (cf. Figure 3.33). Malgré la faible concentration en matériau magnétique, la performance de ce circulateur reste tout à fait acceptable.



**Figure 3.33: Paramètres S du circulateur coplanaire avec une couche magnétique ayant les propriétés du matériau nanocomposite.**

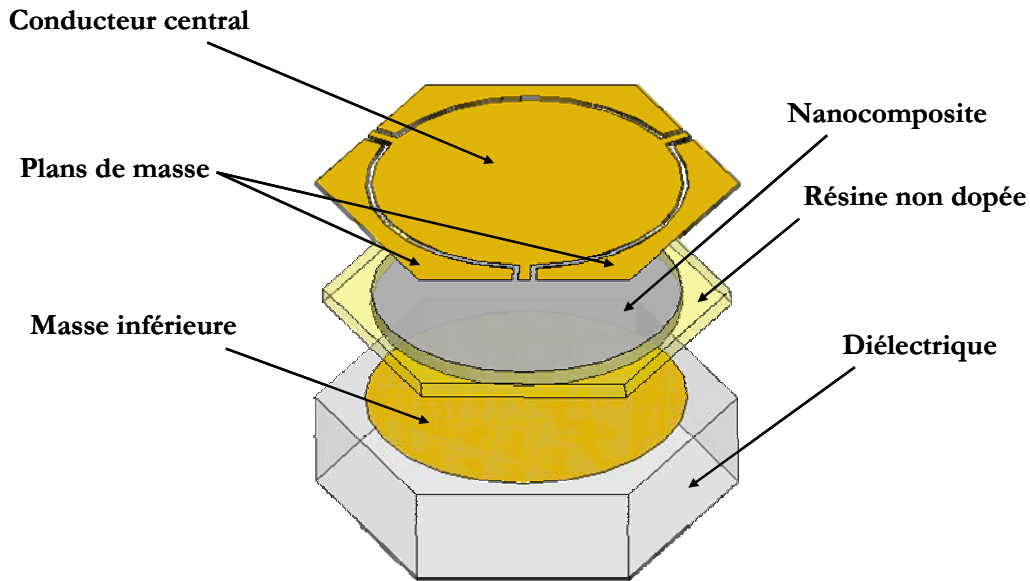
### 3.3.2.5 Disque nanocomposite

Pour réduire les pertes dues au matériau magnétique, nous cherchons à avoir un matériau magnétique centré sous forme de disque en-dessous du conducteur circulaire central (cf. Figure 3.17), comme l'a montrée l'étude présentée sur le circulateur à base de couche massive de matériau magnétique (cf. paragraphe 3.2.2.2.2).

Les dimensions du circulateur sont les mêmes que celles présentées dans le paragraphe précédent. La modification se fait au niveau du matériau magnétique : la couche nanocomposite est sous forme de disque au centre (cf. Figure 3.34). Elle a les caractéristiques de la couche nanocomposite de la structure précédente : une proportion volumique de 15% donc une permittivité de 5.615 et une aimantation à saturation de 0.072 T.

Ce disque nanocomposite est entouré par une couche de résine non dopée. Celle-ci a une permittivité 4.1 (cf. Annexe E) et une tangente de pertes diélectriques de  $10^{-2}$  (nous rappelons que cette valeur est fixée arbitrairement haute pour toutes les pertes diélectriques de tous les matériaux de la structure).

Le disque du matériau nanocomposite a le même rayon que la partie circulaire du conducteur central (1 mm). La figure suivante montre cette structure :

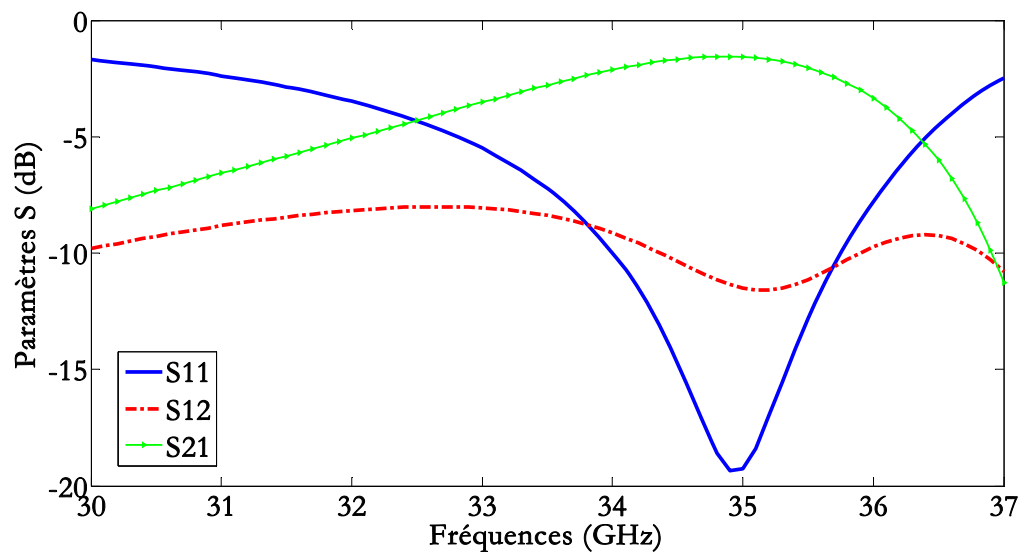


**Figure 3.34: Circulateur coplanaire avec une couche magnétique sous forme de disque entourée par la résine non dopée**

A 36.2 GHz, le circulateur fonctionne avec des pertes d'insertion de 1.62 dB. Les taux de réflexion et d'isolation sont 17.05 dB et 10.3 dB respectivement.

Afin de réaliser cette structure de circulateur et pour éviter la fabrication d'un nouveau masque de photolithographie, nous avons vérifié la performance du circulateur ayant la même structure présentée dans ce paragraphe, mais en modifiant le rayon du disque de nanocomposite. Ce disque a le même rayon que le plan de masse inférieur (1.04 mm). Cela fournit des résultats conformes mais à 35 GHz (cf. Figure 3.35):

- Des pertes d'insertion de 1.575 dB,
- Une réflexion de 19.28 dB et,
- Une isolation de 11.5 dB.



**Figure 3.35: Paramètres S du circulateur coplanaire avec une couche magnétique sous forme de disque (de rayon 1.04mm) entourée par la résine non dopée**

Nous avons exposé les différentes structures étudiées dans le but de déterminer au mieux la structure à fabriquer. Notons que, les deux dernières structures ayant un matériau magnétique composite sont celles qui sont les plus proches de la réalité. Pour cela nous avons réalisé principalement ces deux structures : « couche nanocomposite » (cf. paragraphe 3.3.2.4) et « disque nanocomposite » (cf. paragraphe 3.3.2.5). Cela est détaillé dans le chapitre suivant.

### 3.4 Conclusion

L'objectif de ce travail est l'étude et la réalisation d'un circulateur hyperfréquence à nanoparticules magnétiques orientées dans la bande 40-60 GHz. Ce chapitre a montré la démarche entreprise pour atteindre cet objectif.

Nous avons présenté le fonctionnement général ainsi que la modélisation analytique du circulateur. Cette modélisation permet d'avoir une évaluation rapide des performances du composant et son dimensionnement. Cette étude analytique modélise le circulateur en sa topologie triplaque ; elle a été présentée en modélisant le matériau magnétique composite à l'aide du modèle de Polder simplifié et le modèle développé au laboratoire LT2C. L'étude numérique réalisée en simulation électromagnétique sous le logiciel commercial Ansoft HFSS a permis de vérifier les règles de conception du circulateur triplaque et coplanaire. L'étude de plusieurs structures modifiées a été réalisée. La simulation numérique confirme les résultats obtenus analytiquement, et présente l'avantage de modéliser les structures en trois dimensions.

Le matériau magnétique du circulateur a fait l'objet d'études détaillées en conservant une épaisseur de 100  $\mu\text{m}$ . Le ferrite a été présenté sous forme de couche sur toute la surface du substrat d'alumine, et sous forme d'un disque au centre avec les mêmes dimensions que le conducteur central. Les caractéristiques géométriques, magnétiques et diélectriques ont été modifiées selon la structure pour modéliser au mieux le matériau magnétique composite déposé pour réaliser un circulateur répondant, si possible, aux critères demandés.

Les différentes structures ont été comparées pour choisir le meilleur design conforme aux exigences de performances du circulateur. Les deux structures « couche nanocomposite » et « disque nanocomposite » ayant un matériau magnétique composite sont celles gardées pour la réalisation des masques et par la suite pour la fabrication des prototypes.

### 3.5 Références

- [1] H. Bosma, "On Stripline Y-Circulation at UHF," *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions*, vol. 12, Jan. 1964, p. 61 - 72.
- [2] H. Bosma, "On the principle of Stripline Circulation," *The Institution of Electrical Engineers*, Jan. 1962, p. 137-146.
- [3] C.E. Fay et R.L. Comstock, "Operation of the Ferrite Junction Circulator," *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions*, vol. 13, Jan. 1965, p. 15 - 27.
- [4] Y. Chen, A. L. Geiler, T. Sakai, S.D. Yoon, C. Vittoria, et V.G. Harris, "Microwave and magnetic properties of self-biased barium hexaferrite screen printed thick films", *Journal of Applied Physics*, vol. 99, 2006, p. 08M904.
- [5] Y. Chen, T. Sakai, T. Chen, S.D. Yoon, C. Vittoria, et V.G. Harris, "Screen printed thick self-biased, low-loss, barium hexaferrite films by hot-press sintering", *Journal of Applied Physics*, vol. 100, 2006, p. 043907.
- [6] Y.S. Wu et F.J. Rosenbaum, "Wide-Band Operation of Microstrip Circulators," *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, vol. 22, Oct. 1974, p. 849 - 856.
- [7] R.E. Neidert et P.M. Phillips, "Losses in Y-junction stripline and microstrip ferrite circulators," *IEEE Trans. Microwave Theory and Techniques*, vol. 41, Jul. 1993, p. 1081-1086.
- [8] D. Polder, "On the theory of ferromagnetic resonance," *Philos. Mag.*, vol. 40, 1949, p. 99-115.
- [9] E. Bènevent, "Contribution à l'étude et à la réalisation d'un circulateur hyperfréquence à couche magnétique dans la bande 40-50 GHz," Université Jean Monnet de St Etienne, 2006.
- [10] O. Zahwe, "Conception et Réalisation d'un Circulateur Coplanaire à Couche Magnétique de YIG en Bande X pour des Applications en Télécommunications," Université Jean Monnet de St Etienne, 2009.
- [11] W. Heinrich, "Quasi-TEM description of MMIC coplanar lines including conductor-loss effects," *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions*, vol. 41, 1993, p. 45-52.

---

## **Chapitre 4.**

# **Réalisation et caractérisation hyperfréquence**

---





# Chapitre 4. Réalisation et caractérisation hyperfréquence

4.1	INTRODUCTION -----	179
4.2	PROCEDE DE FABRICATION DU CIRCULATEUR-----	180
4.2.1	<i>Plan de masse inférieur</i> -----	180
4.2.2	<i>Matériau magnétique composite</i> -----	182
4.2.2.1	Mixture et couche nanocomposite-----	182
4.2.2.2	Systèmes d'orientation -----	182
4.2.2.2.1	Aimants circulaires -----	182
4.2.2.2.2	Entrefer magnétique-----	184
4.2.3	<i>Plan conducteur</i> -----	185
4.3	CARACTERISATION HYPERFREQUENCE-----	186
4.3.1	<i>Banc de mesure hyperfréquence du laboratoire LT2C</i> -----	186
4.3.2	<i>Mesure des paramètres S des prototypes</i> -----	187
4.3.2.1	Prototype 1-----	188
4.3.2.2	Prototype 2-----	190
4.3.2.3	Prototype 3-----	190
4.3.2.4	Prototype 4-----	192
4.4	PERSPECTIVES -----	194
4.4.1	<i>Perspectives concernant le matériau magnétique</i> -----	194
4.4.2	<i>Perspectives concernant les étapes technologiques</i> -----	194
4.4.3	<i>Perspectives pour réduire les pertes d'insertion</i> -----	195
4.4.4	<i>Perspectives concernant la caractérisation hyperfréquence</i> -----	195
4.5	CONCLUSION-----	196
4.6	REFERENCES -----	197



## 4.1 Introduction

Nous avons défini, dans les chapitres précédents, la structure et les dimensions du circulateur coplanaire étudié. Le comportement du matériau magnétique a été exposé théoriquement et expérimentalement. Ce chapitre vient compléter cette étude décrivant quels prototypes du circulateur à jonction Y ont été réalisés.

Le procédé de fabrication et les différentes étapes technologiques sont exposés. Cela se fait essentiellement en salle blanche. Les matériaux ainsi que les équipements utilisés comme par exemple, le système d'orientation du nanocomposite magnétique, sont décrits.

Les prototypes fabriqués sont ensuite caractérisés à l'aide d'un banc de mesure hyperfréquence constitué d'un testeur sous pointes et d'un analyseur de réseau vectoriel (40 MHz - 65 GHz). Les mesures des paramètres S permettent d'évaluer les performances du circulateur fabriqué. Aucun champ magnétique externe n'est appliqué durant ces mesures expérimentales. Cela permet de vérifier que le concept de circulateurs auto-polarisés est réalisable avec ce nanocomposite.

Des améliorations sont proposées et permettent de modifier la fabrication des prototypes pour obtenir de meilleures performances. Ces améliorations ont principalement pour objectif de réduire les pertes d'insertion et d'augmenter les effets non réciproques du matériau magnétique. C'est la première fois, au laboratoire LT2C, qu'on réalise un tel matériau magnétique avec tous ses constituants, des études paramétriques permettront sans doute de maîtriser mieux ses différents aspects et performances.

## 4.2 Procédé de fabrication du circulateur

Pour réaliser le circulateur dont la structure a été présentée dans le chapitre précédent, plusieurs étapes technologiques sont nécessaires (cf. Figure 4.1). Nous les détaillerons dans la suite dans l'ordre de fabrication.

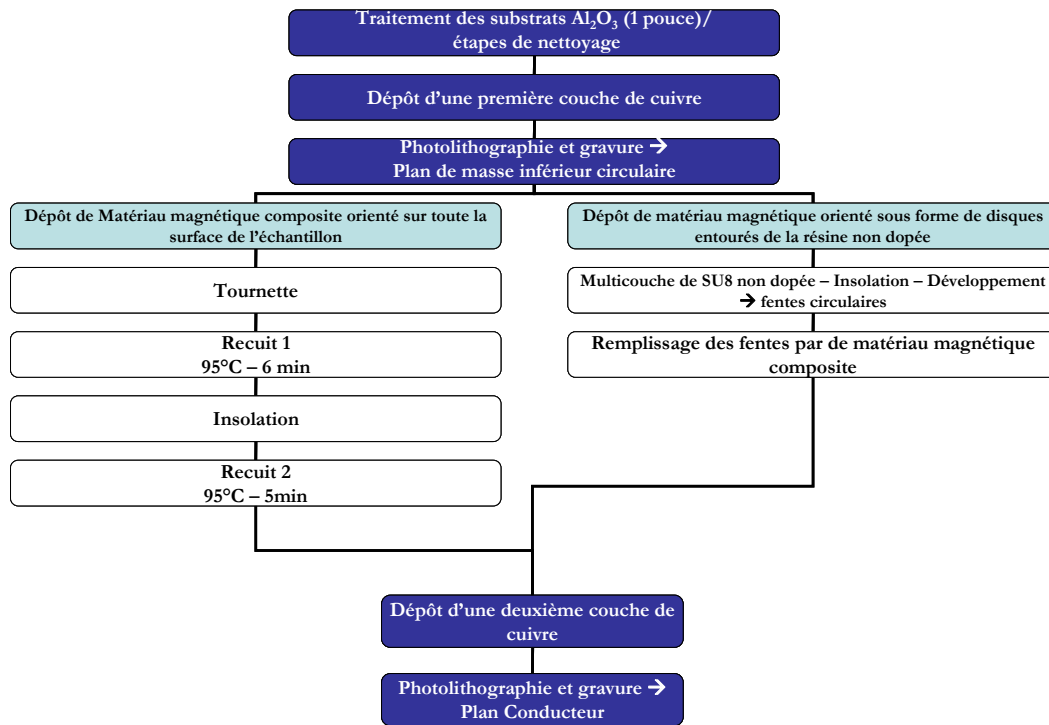
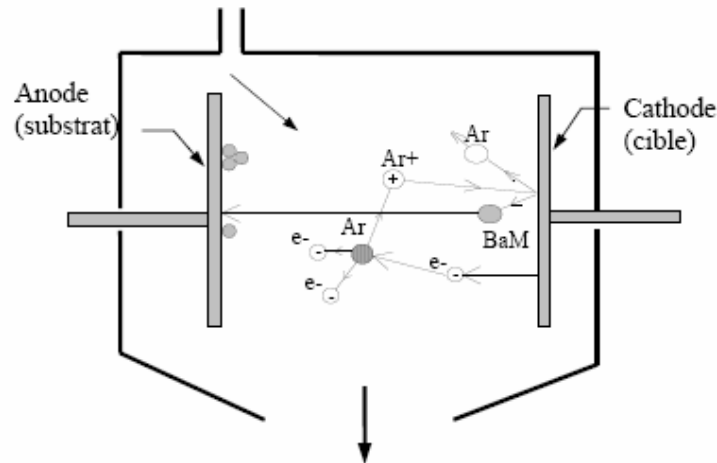


Figure 4.1 : Etapes de fabrication du prototype

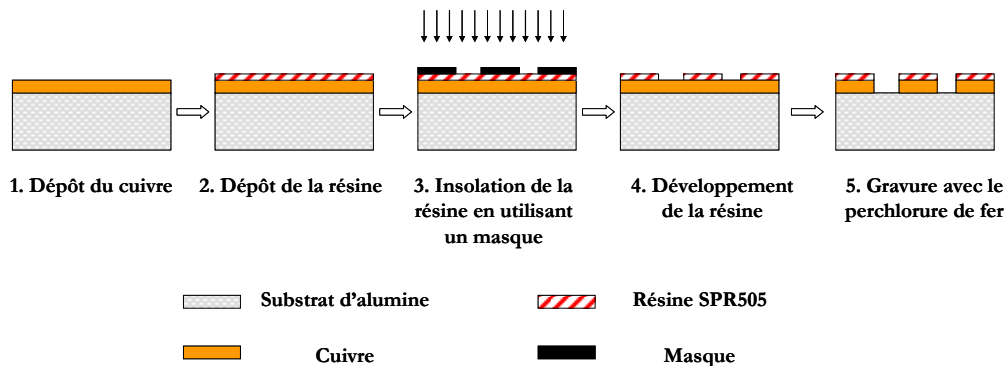
### 4.2.1 Plan de masse inférieur

Le procédé de fabrication des circulateurs débute par la réalisation du plan de masse inférieur. Une couche de cuivre de  $3 \mu\text{m}$  est déposée sur le substrat d'alumine par pulvérisation cathodique au laboratoire LT2C (cf. Figure 4.2). Une puissance de dépôt de 300 W pendant une durée de 21 minutes permet d'avoir cette couche de cuivre.



**Figure 4.2: Schéma du principe de la pulvérisation cathodique radiofréquence**

En salle blanche, une résine (SPR505) est déposée sur le cuivre puis insolée en employant un masque de motifs en chrome/verre. Le développement de cette résine élimine par voie chimique les parties insolées ou non protégées par le masque.



**Figure 4.3: Etapes de fabrication du plan de masse inférieur**

Les petites dimensions de nos dispositifs permettent d'assurer une fabrication collective. La Figure 4.3 et la Figure 4.4 montrent les plans de masse déposés en cuivre. Nous pouvons fabriquer 14 circulateurs sur un même échantillon.



**Figure 4.4: Réalisation expérimentale du plan de masse inférieur**

## 4.2.2 Matériau magnétique composite

La deuxième étape consiste à déposer la couche magnétique nanocomposite. Des expérimentations préliminaires ont été présentées au chapitre 2 afin de maîtriser la résine SU-8 ainsi que le matériau composite. L'orientation de la couche déposée est obtenue à l'aide des aimants externes.

### 4.2.2.1 *Mixture et couche nanocomposite*

Nous préparons tout d'abord le mélange constitué de nanoparticules d'hexaferrite de baryum, de la résine SU-8 2015 et de dichlorométhane comme solvant pour diluer la résine. En raison de compatibilité et de miscibilité chimiques, une concentration de 15 % en matériau magnétique a été obtenue. Cette valeur est fixée pour les différents prototypes.

A l'aide de la tournette, ce mélange est déposé sous forme d'une couche sur l'échantillon constitué du substrat d'alumine et les plans de masse inférieurs. Les marques sont nécessaires pour pouvoir aligner les deux plans conducteurs (plan de masse inférieur et plan de conducteurs supérieur) (cf. Figure 4.4). Une couche de matériau magnétique composite a une épaisseur de 40  $\mu\text{m}$  environ.

Nous verrons dans la suite, suivant les prototypes réalisés, deux méthodes de dépôt de la couche nanocomposite (cf. Figure 4.1), permettant de réaliser les deux structures présentées dans le chapitre précédent.

### 4.2.2.2 *Systèmes d'orientation*

La configuration du circulateur coplanaire exige d'avoir un matériau magnétique orienté dans le plan vertical, perpendiculairement au plan de l'échantillon. Pour faire cela, un système d'orientation doit être utilisé pendant les étapes technologiques.

Nous proposons plusieurs systèmes d'orientation:

#### 4.2.2.2.1 Aimants circulaires

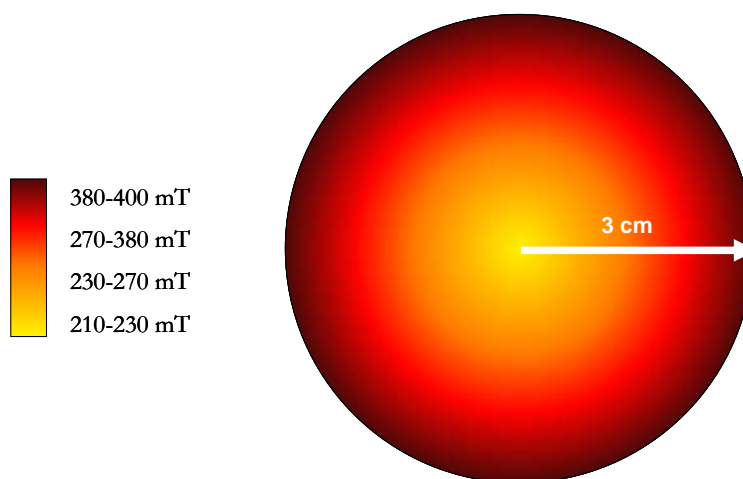
Deux aimants circulaires de la société Supermagnete ont été achetés. Les caractéristiques de ces aimants sont présentées dans le tableau suivant :

Caractéristique	Valeur
Poids	430 g
Matériau	NdFeB
Diamètre de la surface circulaire	60 mm
Epaisseur	10 mm
Tolérance pour la longueur	+/- 0,1 mm

Sens de magnétisation	axial (parallèle à l'épaisseur/longueur)
Température maximale d'utilisation	150 °C
Type de placage	Nickel (Ni-Cu-Ni)

**Tableau 4.1: Caractéristiques des aimants circulaires**

Les dimensions ainsi que la température maximale d'utilisation ont été précisées spécialement pour notre application. La cartographie magnétique de ces aimants présentée dans la figure ci-dessous montre la différence des valeurs du champ fournit par ces aimants (effets de bords).



**Figure 4.5: Cartographie magnétique des aimants circulaires**

D'autres spécifications magnétiques sont données par la société Supermagnete [1] :

Rémanence	Coercivité	Produit énergétique
$B_r$ (T)	$H_c$ (kA/m)	$(B \times H)_{\max}$ (kJ/m <sup>3</sup> )
1.32-1.37	860-955	342-358

**Tableau 4.2: Caractéristiques magnétiques des aimants circulaires**

L'utilisation de deux aimants placés face à face réduira ces effets de bords : les lignes de champs verticales s'ajoutent et le champ dans l'entrefer sera plus important et au centre de l'aimant le champ est bien homogène.



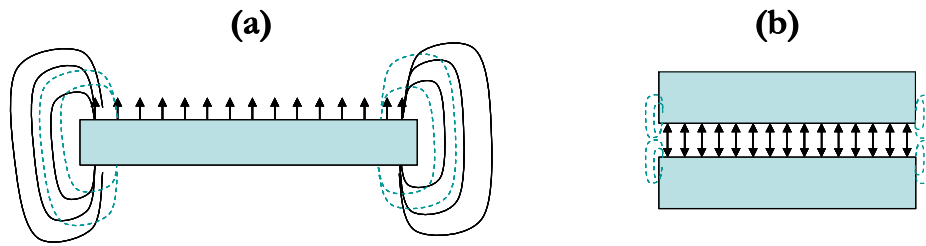


Figure 4.6: Lignes de champs de : (a) un aimant, (b) deux aimants face à face

Cependant, l'encombrement de deux aimants étant trop important pour le matériel utilisé en salle blanche, nous ne conservons qu'un seul aimant pour toutes nos réalisations.

#### 4.2.2.2 Entrefer magnétique

Une bobine reliée à une alimentation dissipe un champ magnétique de valeur maximale de 330 mT.

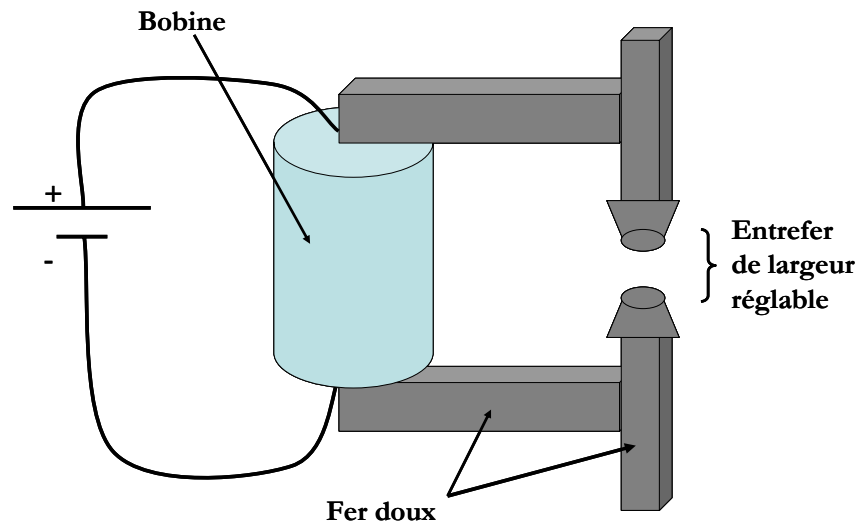
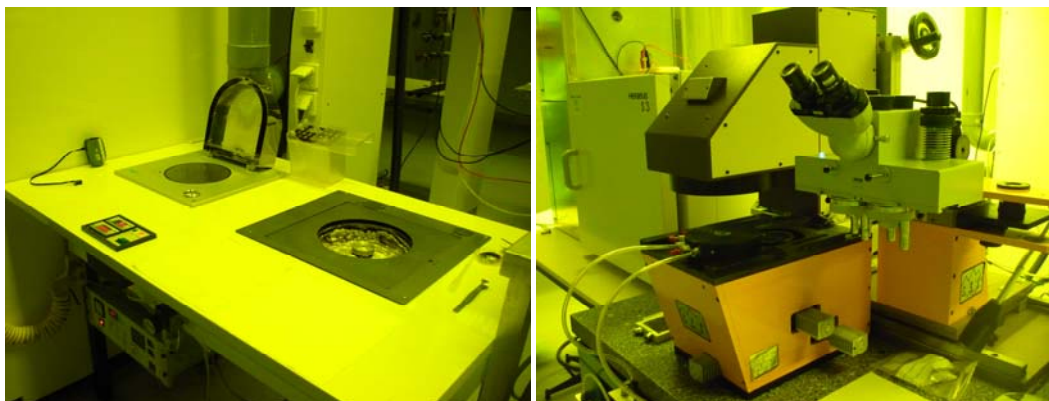


Figure 4.7: Circuit entrefer formé d'une bobine et de fer doux

Ce circuit a été utilisé pendant nos différentes expérimentations en dehors de la salle blanche pour conserver l'orientation. Cette configuration ne peut être utilisée en salle blanche car elle est trop encombrante.

Les échantillons avec la couche nanocomposite déposée sont posés sur les aimants décrits dans le paragraphe 4.2.2.2.1 et maintenus pendant les phases de recuit 1, d'insolation et de recuit 2.

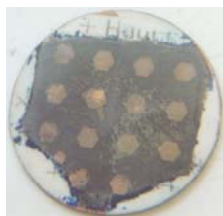
Un troisième recuit pendant 30 minutes dans le four à 135 °C assure la stabilisation de la couche nanocomposite.



**Figure 4.8: Équipements utilisés en salle blanche : plaque chauffante, tournette et lampe UV (SETMA702)**

### **4.2.3 Plan conducteur**

Un deuxième dépôt de cuivre est réalisé par la même technique. Une puissance moins forte (120 W) est utilisée pour éviter que les ions cuivre diffusent dans le matériau composite. Cette puissance est directement reliée à l'énergie des adatoms de cuivre atteignant le substrat.



**Figure 4.9: Prototypes de circulateurs coplanaires fabriqués**

Les mêmes étapes de la Figure 4.3 sont suivies pour avoir le plan de conducteur. Nous rappelons que ce plan conducteur est formé du conducteur central (partie circulaire) et les lignes d'accès et des plans de masse latéraux (cf. Figure 4.9). Pour l'insolation, l'aligneur Karl Suss MA6 (cf. Figure 4.10) a été utilisé pour aligner le masque avec le plan de masse inférieur. De cette façon, nous obtenons deux plans de métallisation alignés et le plan de masse inférieur circulaire concentrique avec la partie circulaire du conducteur central.

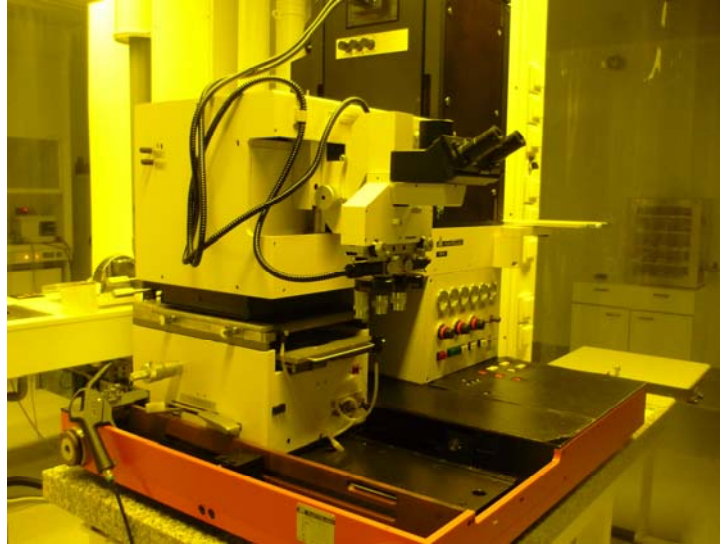


Figure 4.10: Alineur Karl Suss MA6

## 4.3 Caractérisation hyperfréquence

### 4.3.1 Banc de mesure hyperfréquence du laboratoire LT2C

La caractérisation hyperfréquence permet l'évaluation expérimentale des performances des prototypes fabriqués.

Le banc de caractérisation hyperfréquence du laboratoire LT2C se compose d'un testeur sous pointes équipé de pointes coplanaires de type GSG (Ground-Signal-Ground) et d'un analyseur de réseau vectoriel opérant dans la bande 40 MHz et 65 GHz (cf. Figure 4.11). Pour faire des mesures sur le circulateur à jonction Y, il existe trois ports d'accès avec la nécessité d'avoir trois pointes orientées à 120 °C. Un calibrage OSTL (Open Short Through Load) s'effectue à l'aide d'un substrat coplanaire adapté à nos pointes de mesure. Les mesures de calibrage permettent à l'analyseur de corriger les diverses erreurs de mesure particulièrement les erreurs dues aux connecteurs et aux câbles.

L'analyseur de réseau vectoriel a deux ports. Une charge adaptée à 50  $\Omega$  est alors installée sur la troisième voie du dispositif. Nous obtenons les paramètres  $S_{ij}$  pour visualiser le phénomène de circulation du composant et ses performances.

Le calibrage est donc réalisé entre deux pointes. Il reste incomplet, car même si la charge est connectée au troisième port, les erreurs dues à l'interconnexion pointe-circulateur et pointe-charge coaxiale 50  $\Omega$  ne sont pas prises en compte.

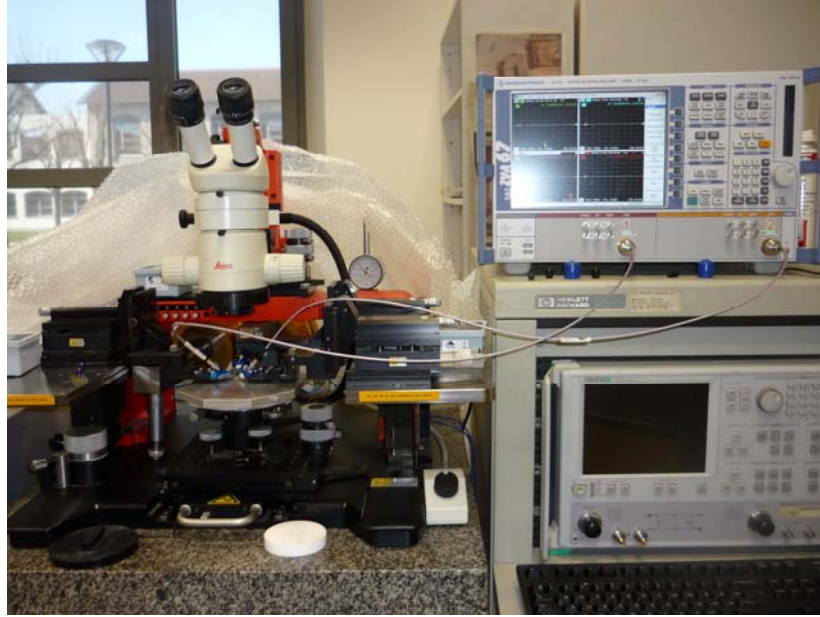


Figure 4.11: Banc de caractérisation hyperfréquence

#### 4.3.2 Mesure des paramètres S des prototypes

Plusieurs prototypes ont été réalisés. Nous résumons leurs principales caractéristiques dans le tableau ci-dessous. Nous désignons  $R$  par le rayon du conducteur central,  $W$  la largeur des lignes d'accès,  $S$  la largeur des fentes situées entre les lignes d'accès et les plans de masse latéraux,  $R_g$  le rayon du plan de masse inférieur,  $h$  et  $P$  l'épaisseur du matériau magnétique composite et sa concentration volumique.  $R_{NC}$  est le rayon du matériau nanocomposite déposé dans le cas où il est en forme circulaire.

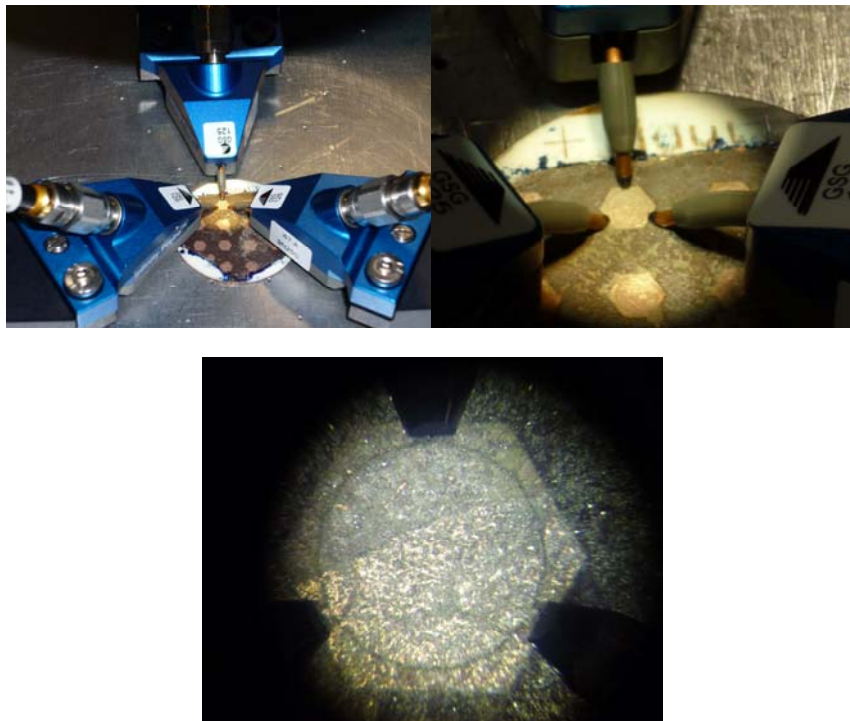
	Prototype 1	Prototype 2	Prototype 3	Prototype 4
<b>R</b> Conducteur central	1 mm	1 mm	1 mm	1 mm
<b>W</b> Largeur lignes d'accès	72 $\mu\text{m}$	72 $\mu\text{m}$	72 $\mu\text{m}$	72 $\mu\text{m}$
<b>S</b> Largeur des fentes	40 $\mu\text{m}$	40 $\mu\text{m}$	40 $\mu\text{m}$	40 $\mu\text{m}$
<b><math>R_g</math></b> Masse inférieure	1.04 mm	1.04 mm	1.04 mm	1.04 mm

<b>h</b> Epaisseur nanocomposite	40 $\mu\text{m}$	$\approx 80 \mu\text{m}$	$>100\mu\text{m}$ et $<125\mu\text{m}$	$\sim 100\mu\text{m}$
<b>R<sub>NC</sub></b> Matériau nanocomposite	Pleine plaque	Pleine plaque	1.04 mm	1.04 mm
<b>P</b> Concentration volumique	15 %	15 %	15 %	15 %

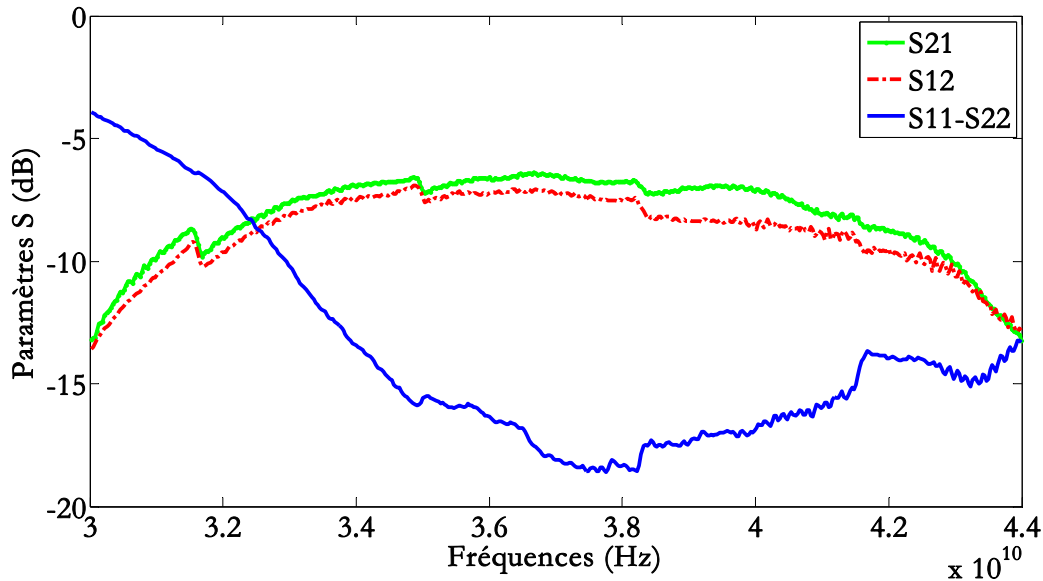
**Tableau 4.3 : Caractéristiques des différents prototypes fabriqués**

#### 4.3.2.1 Prototype 1

Deux échantillons ont été fabriqués comportant 14 motifs chacun. La caractérisation hyperfréquence n'a été possible que sur un seul échantillon, l'autre, ayant subi un excès de gravure, ses motifs sont inexploitable. Sur ce deuxième échantillon, nous avons pu faire les mesures des paramètres S sur un nombre limité de circulateurs. Cela est dû à l'adhérence du cuivre et/ou la gravure par le perchlorure de fer. La couche supérieure de cuivre formant le plan conducteur n'est pas homogène et il est difficile d'établir les contacts des pointes de mesures du banc de caractérisation hyperfréquence.



**Figure 4.12: Prototype 1 – motifs et caractérisation hyperfréquence**



**Figure 4.13 : Paramètres S du prototype 1**

Nous rappelons qu'aucun champ magnétique n'a été appliqué durant cette phase. Les résultats obtenus sur le premier prototype (1) sont donnés sur la Figure 4.13. Le niveau de réflexion s'élève à -17 dB à 38 GHz et la non réciprocity est de 1.44 dB. Les niveaux de transmission sont respectivement -6.924 et -8.363 dB (pertes d'insertion et isolation). Le phénomène de circulation est observable autour de 39.34 GHz. L'effet non réciproque est faible mais constitue une première indication du fonctionnement du circulateur fabriqué.

Ces résultats peuvent s'expliquer par :

- Le matériau magnétique composite :

Le matériau magnétique composite confère au circulateur sa non réciprocity. Il est alors le principal élément à étudier. Son épaisseur de 40  $\mu\text{m}$ , est faible devant l'épaisseur fixée (100  $\mu\text{m}$ ) dans l'étude théorique présentée dans les chapitres antérieurs. D'autre part, la concentration atteinte expérimentalement (15 %) est toujours faible et doit être augmentée.

L'orientation obtenue par des aimants externes qui fournissent un champ autour de 250 mT, est difficile à quantifier expérimentalement. En plus, la formation d'agglomérats de particules est très probable et augmente l'interaction entre elles. Elle perturbe l'orientation et réduit l'aimantation globale.

- Le plan conducteur :

Le dépôt de cuivre sur la couche magnétique nanocomposite n'est pas parfait. Des inclusions de cuivre sont probables dans la couche magnétique. Aussi nous observons



après gravure, des inhomogénéités de ce plan conducteur dues à des problèmes d'adhérence, rugosité et sur-gravure.

#### 4.3.2.2 Prototype 2

Numériquement, nous avons simulé la structure avec un matériau magnétique d'une épaisseur de 100  $\mu\text{m}$ . Pour cette raison, une couche de matériau composite ayant une épaisseur de 40  $\mu\text{m}$  est vraisemblablement insuffisante pour assurer les bonnes performances. Nous avons donc empilé deux couches. La structure du composant réalisé est identique à celle décrite dans le paragraphe précédent.

Des problèmes de gravure du plan conducteur supérieur ont rendu impossible la caractérisation de cet échantillon en hyperfréquences (cf. Figure 4.14).

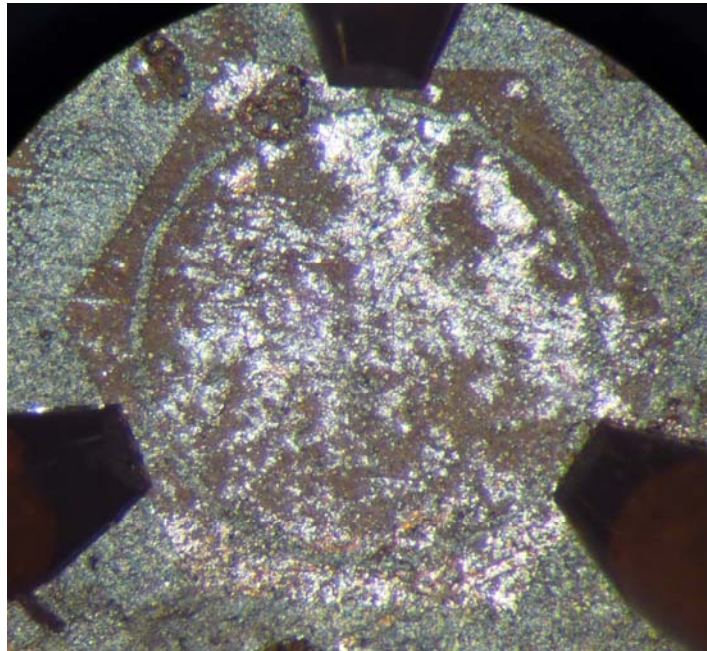


Figure 4.14: Prototype 2 – circulateur à deux couches de matériau composite (~80  $\mu\text{m}$ )

#### 4.3.2.3 Prototype 3

Nous avons présenté dans l'étude numérique des structures ayant un ferrite sous la forme d'une couche magnétique massive et aussi sous la forme composite. Dans chacun de ces cas précédents, la différence entre deux structures testées qui comprennent un matériau magnétique en forme d'un disque au centre ou sous forme d'une couche sur toute la surface a été montrée.

La limitation géométrique du matériau magnétique au centre assure de meilleures performances. Les pertes d'insertion sont notamment améliorées par la réduction des pertes provoquées par le matériau magnétique.

La fabrication de ce composant est possible en déposant une couche de la résine SU8 non dopée et en l'insolant pour graver par voie chimique des trous circulaires. Le résultat est donné dans la Figure 4.15. La résine utilisée étant la SU-8 2015, elle permet d'obtenir une couche de 40 à 50  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Des essais en salle blanche ont permis la maîtrise des différentes étapes technologiques pour déposer deux couches de cette résine non dopée et avoir une épaisseur d'environ 100  $\mu\text{m}$ . Ces couches ont suivi les étapes conventionnelles de recuit et d'insolation [2]. Le même masque de photolithographie a été utilisé pour les plans de masse circulaires inférieurs.

Nous rappelons que cette résine non dopée a été déposée sur le substrat d'alumine sur lequel les plans de masse inférieurs ont été gravés. La Figure 4.15 montre seulement une couche de résine non dopée (sans les masses inférieures) et cela pour une meilleure visibilité des motifs de SU8 créés.

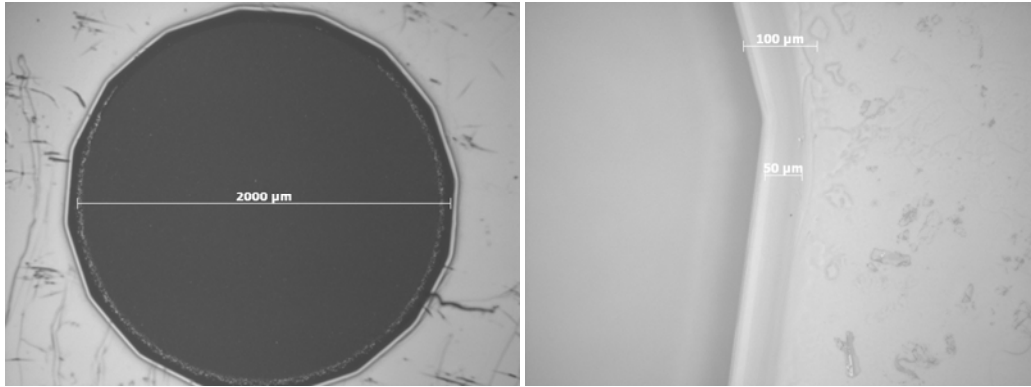


**Figure 4.15: Résine SU8 non dopée insolée et révélée**

Les images de la Figure 4.16 illustrent les couches de résine non dopée en couleur claire et les fentes circulaires créées par photolithographie en couleur foncée représentant la face mate de l'alumine.

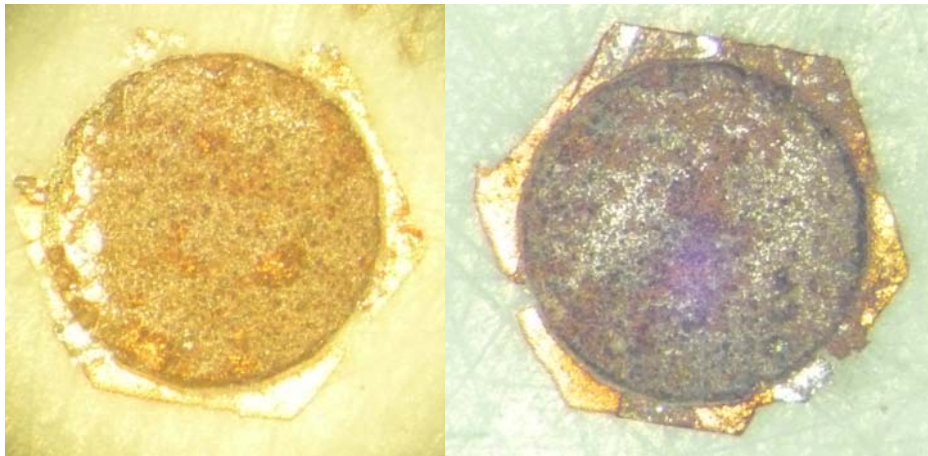
Les fentes sont ensuite remplies par le matériau magnétique composite concentré à 15%. L'orientation a été faite à l'aide des aimants permanents pendant les différentes étapes de recuit et d'insolation dans la suite.





**Figure 4.16: Images prises par microscopie optique**

Un deuxième plan de cuivre a été déposé. La puissance de dépôt par pulvérisation cathodique est 120 W. En raison des problèmes de gravure que nous avons rencontrés pendant la réalisation des prototypes précédents, il nous a paru utile de déposer une couche de cuivre plus épaisse ( $\sim 10.6 \mu\text{m}$ ). La photolithographie et la gravure ont été poursuivies pour la finalisation de ce prototype.



**Figure 4.17: Prototype 3 – matériau magnétique composite sous forme de disque entouré par la SU8 non dopée**

Nous remarquons après gravure, que le cuivre est abîmé (cf. Figure 4.17). Il y a des problèmes d'adhérence entre le cuivre et le matériau magnétique composite ainsi que des problèmes de gravure du cuivre. Notons que cela peut être causé par l'inhomogénéité des couches de résines dopée et non dopée.

#### **4.3.2.4 Prototype 4**

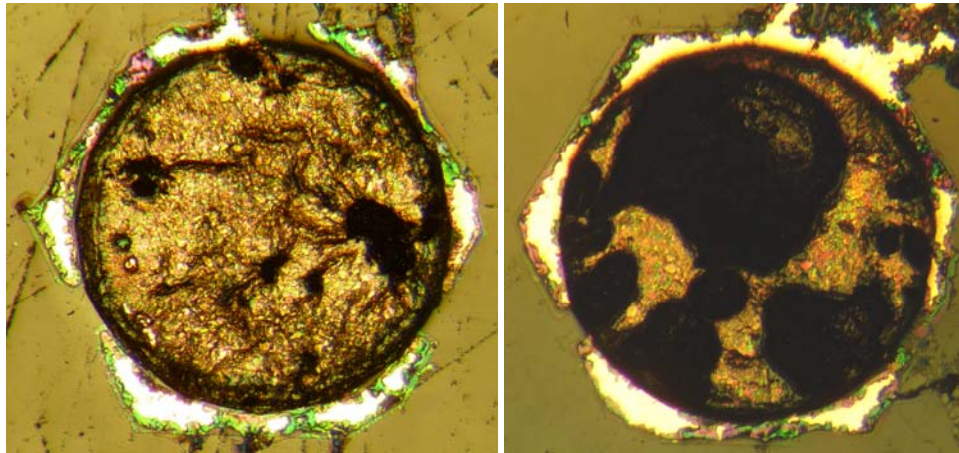
L'objectif de la fabrication de ce prototype est d'améliorer la structure du prototype 3 réalisé précédemment. De la même manière, un plan de masse inférieur a été déposé en premier. Deux couches de SU-8 non dopée gravées servent à créer des

fentes circulaires de 1.04 mm de rayon. Celles-ci sont ensuite remplies par le matériau magnétique concentré à 15 % de nanoparticules magnétiques d'hexaferite de baryum. A ce niveau, des étapes de ponçage et de polissage ont été effectuées pour assurer une surface homogène. Cependant il est difficile avec cette structure d'avoir une même épaisseur de résine non dopée couvrant toute la surface et de la résine dopée remplissant les fentes circulaires.

Le plan conducteur de cuivre a été ensuite déposé. La photolithographie et la gravure ont été ensuite effectuées. La Figure 4.18 montre différents motifs du prototype fabriqué.

Nous sommes convaincus dans ce cas là, que ce n'est pas l'adhérence entre le cuivre et le plan composé de SU-8 dopée et non dopée qui est l'origine des motifs défectueux. Nous rappelons que le ponçage et le polissage ont conduit à avoir une surface bien lisse, mais le problème reste au niveau de la différence de niveau ou épaisseur entre la résine dopée et les accès du circulateur.

La résine SPR505 utilisée pour la photolithographie, d'une épaisseur de l'ordre de 500 nm, est déposée. N'ayant pas une surface homogène, cette résine à son tour est déposée avec des différences d'épaisseurs. La gravure par perchloreure de fer pose un problème. Le cuivre ne part pas parfaitement autour du motif voulu et un excès de gravure fait partir le cuivre des motifs de petites dimensions, i.e. les lignes d'accès.



**Figure 4.18 : Prototype 4 – matériau magnétique composite sous forme de disque entouré par la SU8 non dopée**

## 4.4 Perspectives

D'après le travail expérimental présenté précédemment, les mesures ont montré que les performances du circulateur doivent être améliorées. Des pertes d'insertion élevées ainsi que de faibles effets non réciproques ont été observés. Ceux-ci imputables au procédé, peuvent avoir deux origines :

- Le plan conducteur supérieur de cuivre de mauvaise qualité
- Le matériau magnétique composite mal orienté et pas suffisamment concentré

### 4.4.1 Perspectives concernant le matériau magnétique

Les effets non réciproques obtenus étant toujours faibles, l'amélioration concernant cette couche nanocomposite est essentielle. Cela concerne deux principaux facteurs :

La concentration : le matériau composite déposé pour la fabrication des prototypes est formée de nanoparticules dispersées dans la résine SU8. La concentration atteinte en particules d'hexaferrite de baryum est 15 %. En raison de compatibilité et de miscibilité chimiques, des concentrations plus importantes n'ont toujours pas été obtenues. Des études expérimentales plus approfondies feront sans doute l'objet d'amélioration, en particulier sur la miscibilité de différents constituants et la viscosité du mélange...

L'orientation : pour l'orientation des nanoparticules à l'intérieur de la couche nanocomposite déposée à l'aide de la tournette, des aimants permanents ont été utilisés (cf. paragraphe 4.2.2.2.1). Les échantillons ont été placés au centre des aimants pour avoir une meilleure homogénéité avec un champ appliqué autour de 250 mT qui n'est sans doute pas la valeur optimale pour orienter les particules. Une étude complémentaire et d'autres dispositifs d'orientation doivent donc être envisagés.

### 4.4.2 Perspectives concernant les étapes technologiques

Des études d'amélioration des étapes technologiques sont essentielles. La couche nanocomposite n'étant toujours pas homogène en épaisseur et en rugosité, plusieurs solutions sont envisageables :

- Amélioration des étapes technologiques par la technique de « spin-coating »
- Utilisation d'une autre technique de dépôt de couche, « dip-coating » par exemple
- Mise en place d'un système de rodage plus approprié: notons que des rodages manuels à l'aide des papiers convenables ainsi que des techniques de rodage utilisées en géologie ont été utilisés dans notre travail. Mais en raison de la composition de la couche nanocomposite et la probabilité non négligeable d'avoir

des amas de particules magnétiques, ces rodages peuvent affecter la couche en arrachant ces agglomérats. Cela dégrade l'homogénéité de la surface de la couche nanocomposite (création des fentes/trous). Pour les prototypes 3 et 4 des améliorations technologiques s'avèrent indispensables. Une épaisseur homogène doit être atteinte pour éliminer les bosses/creux existants entre la résine SU-8 couvrant toute la surface et le matériau composite remplissant les fentes. Cette étape est essentielle pour pouvoir déposer une couche de cuivre homogène, par la suite pouvoir effectuer correctement la photolithographie.

#### **4.4.3 Perspectives pour réduire les pertes d'insertion**

Une étude expérimentale sur l'influence de la couche de cuivre est nécessaire.

L'adhérence : les défauts d'adhérence entre le cuivre et la couche nanocomposite sont à étudier. La durée et la puissance de dépôt par pulvérisation cathodique sont des facteurs critiques pour la bonne tenue de la couche magnétique d'une part et du cuivre d'une autre part surtout après gravure.

Gravure : l'inhomogénéité de la couche nanocomposite affecte la qualité de la couche de cuivre déposée, le plan conducteur. Le cuivre pénètre le matériau magnétique et la gravure par perchlore de fer pollue alors le cuivre ainsi que le nanocomposite. Cela rend très difficile les mesures hyperfréquences. Les pointes de caractérisation hyperfréquence sont formées de trois points de contacts « GSG : Ground Signal Ground » qui doivent être placées dans le même plan.

#### **4.4.4 Perspectives concernant la caractérisation hyperfréquence**

Un système de trois bras orientés à 120°C a été employé pour mesurer les performances du circulateur fabriqué. Cependant, il manque un kit de calibrage réellement adapté à cette configuration. Des méthodes de calibrage devront donc être développées pour affiner la qualité des mesures hyperfréquences.

## 4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les prototypes de circulateurs réalisés. Ces réalisations ainsi que les caractérisations hyperfréquences ont été réalisées au laboratoire LT2C. Ces prototypes ont été réalisés conformément aux designs présentés dans les études analytiques et numériques présentées au chapitre précédent en fonction des contraintes technologiques.

Le procédé de fabrication technologique des prototypes a été mis au point pour assurer au mieux une fabrication propre et adéquate. Ce procédé débute par le dépôt d'une couche de métallisation en cuivre par pulvérisation cathodique ; celle-ci est gravée pour former le plan de masse inférieur circulaire. Ensuite, l'étude présentée dans le chapitre 2 concernant le matériau magnétique composite a été intégrée pour l'obtention d'une couche magnétique nanocomposite orientée au-dessus du plan de masse inférieur. Enfin, le conducteur central, les lignes d'accès et les plans de masse latéraux sont déposés sur la couche magnétique. Ceux-ci sont déposés et réalisés par photolithographie classique. Ce procédé assure une fabrication collective de circulateurs et permet d'envisager le transfert technologique.

La caractérisation hyperfréquence a été effectuée à l'aide d'un banc de mesure hyperfréquence composé d'un testeur sous pointes et d'un analyseur vectoriel de réseau. Les paramètres S sont mesurés entre deux ports du circulateur, le troisième port étant connecté à une charge  $50 \Omega$ . Ces mesures permettent de déterminer les performances du composant sur une large bande de fréquences allant de 40 MHz à 65 GHz. Cependant ces caractérisations n'ont été possibles que pour un nombre limité de prototypes en raison de difficultés technologiques rencontrées.

Les performances du circulateur réalisé s'évalue par les pertes de réflexion, les pertes d'insertion et l'isolation. Des effets non réciproques observés sur le prototype 1 ont pour valeur de 1.44 dB dans la bande 36 – 40 GHz.

Comme le matériau magnétique composite est la partie essentielle assurant l'opération de circulation, il conviendra d'affiner l'étude et la modélisation analytique dans un état non saturé, en tenant compte des dimensions à l'échelle nanométrique et les effets magnétiques inter particulaires. Des travaux de recherche doivent être poursuivis dans ce domaine afin d'obtenir une modélisation plus fine. L'optimisation du procédé de fabrication est en cours pour obtenir une meilleure orientation des nanoparticules à l'intérieur du matériau composite et une concentration plus élevée.

## 4.6 Références

- [1] “Supermagnete,” [www.Supermagnete.fr](http://www.Supermagnete.fr).
- [2] “MicroChem,” [www.microchem.com](http://www.microchem.com).



---

# **Conclusion Générale**

---





## Conclusion générale

Cette thèse concerne l'« Etude et la réalisation d'un circulateur hyperfréquence à nano particules magnétiques orientées dans la bande 40 - 60 GHz ». Les travaux au cours de ce projet ont été principalement effectués au Laboratoire Télécom Claude Chappe. Les principaux objectifs de cette thèse ont été la réalisation, l'étude numérique, analytique et expérimentale des circulateurs coplanaires. L'innovation de ce travail étant la partie magnétique du dispositif étudié, les différentes expérimentations ont démontré la faisabilité de circulateurs coplanaires miniaturisés à nano particules d'hexaferrite de baryum orientées fonctionnant autour de 40 GHz. Les performances attendues des dispositifs fabriqués sont des pertes d'insertion inférieures à 1 dB, une isolation et des réflexions supérieures à 20 dB.

Un état de l'art du domaine des circulateurs a permis de rappeler les différentes topologies des circulateurs. La structure coplaire a été choisie en raison de la simplicité du procédé de fabrication et de la facilité de l'interconnexion des composants hyperfréquences. Une étude bibliographique des milieux magnétiques a permis de rappeler les différentes formes de magnétisme et les différents types de ferrites utilisés dans les applications hyperfréquences. Les besoins de miniaturisation ainsi que le fonctionnement à hautes fréquences ont conduit à choisir « l'hexaferrite de baryum » comme matériau magnétique à intégrer dans le circulateur réalisé. Ce matériau magnétique a une forte anisotropie uniaxiale qui lui confère un champ interne élevé permettant son utilisation sans champ magnétique externe appliqué. Ces matériaux qui opèrent « à la rémanence » peuvent assurer le fonctionnement de circulateurs « auto-polarisés ».

La bonne orientation du matériau magnétique est un critère indispensable pour acquérir de bonnes performances. Nous avons choisi pour la réalisation de ce composant d'utiliser un procédé à basse température pour qu'il soit compatible avec la technologie micro-électronique. Devant les propriétés avantageuses et intéressantes des matériaux nanostructurés (orientation et réalisation à basses températures), les nanocomposites magnétiques orientés ont été choisis comme matériau magnétique intégré dans le circulateur.

Les composites magnétiques regroupent les avantages des milieux magnétiques, qui sont dans ce cas les nanoparticules d'hexaferrite de baryum, et ceux des milieux isolants (la résine SU8 utilisée en microélectronique). Les caractéristiques et les propriétés de ces deux milieux ont été exposées. De nombreuses expérimentations ont permis d'établir et de maîtriser le procédé de fabrication. Ces expérimentations ont contribué aux choix des types de particules magnétiques : « recuites et surfactées »,

ainsi que le choix de la résine SU8 2015 parmi plusieurs existantes dans la famille de la résine SU8.

Des couches de résine non dopées ont été déposées par les deux techniques : spin coating et dip coating avec pour objectif de contrôler le dépôt d'une surface homogène. La technique de spin coating en salle blanche a été retenue car ce procédé est éprouvé et couramment utilisé dans les étapes technologiques au Laboratoire LT2C.

En parallèle, le circulateur a été étudié et modélisé de manière analytique et numérique à l'aide du logiciel de simulation électromagnétique 3D Ansoft HFSS. En raison de la similarité de fonctionnement des circulateurs triplaques et coplanaires, l'étude analytique a été principalement basée sur la modélisation analytique du circulateur triplaque. Ce travail permet d'avoir les dimensions de base du circulateur ainsi que ses performances en calculant les paramètres S.

Les modèles comportementaux du matériau composite sont souvent issus des lois de mélanges. Dans notre cas, celles-ci sont souvent mal adaptées car nos particules sont généralement plates et très anisotropes. Cela introduit des champs démagnétisants importants qui ne sont pas très bien décrits par les lois habituelles. Nous avons décidé d'élaborer un nouveau modèle qui prend en compte ces paramètres, notamment l'orientation, la concentration et les champs démagnétisants des particules.

Ces informations ont été ensuite transposées à l'étude numérique en concevant les deux structures triplaque et coplanaire. La topologie coplanaire étant la topologie choisie pour la fabrication des prototypes, une comparaison entre structures avec des géométries différentes de matériau magnétique a été présentée. La première structure comprend une couche magnétique d'épaisseur 100  $\mu\text{m}$  couvrant toute la surface du substrat du circulateur. La seconde est sous forme d'un disque d'épaisseur 100  $\mu\text{m}$  au centre du circulateur, confiné entre le plan de masse inférieur et le conducteur central. Cette comparaison a montré l'avantage d'avoir un matériau magnétique central car les pertes (dues à ce matériau magnétique) sont plus faibles. Une étude paramétrique a permis d'optimiser la structure.

Un défi important dans ce travail a été de pouvoir représenter et simuler numériquement (HFSS) le matériau magnétique sous sa forme composite. Tout d'abord, il a fallu modifier les propriétés magnétiques, la valeur de l'aimantation à saturation, et prendre en compte la concentration volumique. La simulation de cette structure a montré le fonctionnement du circulateur pour une concentration minimale de 10 %. Nous avons aussi simulé la structure avec des macro particules magnétiques (représentant un ensemble figé de nano particules). Ces particules ont été présentées à l'échelle micrométrique et non nanométrique à cause des limitations que présente le logiciel 3D employé : limitation du nombre de motifs et de la capacité de maillage,

entraînant un temps de simulation très important. Cette simulation a montré un bon fonctionnement du circulateur à une fréquence de 42.4 GHz.

Parallèlement, notre étude analytique avec notre modèle de matériau composite a permis d'introduire de nouvelles valeurs dimensionnelles et de permittivité dans le simulateur HFSS. Malheureusement, nous ne pouvons pas introduire de manière simple le tenseur  $\overline{\mu}$  obtenu par notre modèle. Comme précédemment nous avons effectué une comparaison (simulation HFSS) entre deux structures coplanaires. La première a une couche nanocomposite avec les valeurs d'aimantation à saturation et de permittivité diélectrique modifiées. La deuxième structure a un matériau magnétique sous forme d'un disque nanocomposite entouré par de la résine non dopée. Cette comparaison a montré un rapprochement des performances des deux structures, avec une légère amélioration dans le cas de la seconde. Cette étude montre un bon accord avec les résultats précédents.

La réalisation de ces deux structures à matériau magnétique composite a été la partie importante du travail expérimental. La faisabilité des circulateurs à nanoparticules magnétiques a été clairement démontrée. De nombreuses difficultés ont été rencontrées durant les différentes étapes technologiques. L'adhérence entre les différentes couches, l'orientation du matériau nanocomposite, la gravure...sont de bons exemples. La caractérisation hyperfréquence constitue l'étape finale pour valider tout le travail expérimental. Celle-ci n'était pas toujours évidente en raison des difficultés de connexion des contacts des échantillons (surfaces pas toujours homogènes).

Les performances des prototypes peuvent être améliorées. Nous présentons plusieurs pistes de travail pour une résolution de certaines difficultés :

- **Étude analytique :**

Dans ce travail une approximation a été introduite pour prédire les propriétés du matériau magnétique composite. Le nouveau modèle a été proposé afin de simuler convenablement de manière analytique le matériau magnétique non saturé et structuré. Ce modèle tient compte de la taille des particules magnétiques réparties aléatoirement dans le composite, leur arrangement ainsi que leurs interactions. Il peut être amélioré, notamment par la prise en compte des champs démagnétisants RF et la dispersion en tailles des particules.

- **Étude numérique :**

Le logiciel HFSS utilisé pour les simulations électromagnétiques 3D se limite à l'utilisation du modèle de tenseur de perméabilité de Polder. Cela suppose que le matériau magnétique soit saturé, mais ce modèle ne représente pas correctement le matériau magnétique composite. On peut alors, modéliser le circulateur analytiquement

avec notre modèle qui semble plus approprié et introduire les valeurs du tenseur de perméabilité dans le logiciel HFSS pour modéliser numériquement au mieux ce dispositif.

- **Travail technologique :**

Si l'intérêt des matériaux magnétiques composites n'est plus à démontrer, il reste à montrer la possibilité d'avoir des composites orientés suffisamment concentrés pour assurer une meilleure fonctionnalité des dispositifs hyperfréquences non réciproques. Plusieurs paramètres sont déterminants : intensité du champ appliqué lors de l'élaboration du nano-composite, concentration en matériau magnétique la plus élevée possible et les paramètres d'élaboration et de fabrication du dispositif optimisés (adhérence des différentes couches, homogénéité et autres).

- **Caractérisation hyperfréquence :**

Un système de trois bras orientés à 120°C a été mis en place pour mesurer les performances du circulateur fabriqué. Cependant, il manque un kit de calibrage réellement adapté pour cette configuration. Des méthodes de calibrage devront donc être développées pour affiner la qualité des mesures hyperfréquences.

L'étude menée au cours de cette thèse a clairement montré la faisabilité des circulateurs à nanoparticules magnétiques. Toutes les voies d'amélioration énumérées précédemment ouvrent sans doute la voie à d'autres études menant vers la fabrication de circulateurs coplanaires à nano particules magnétiques performants et industrialisables.

---

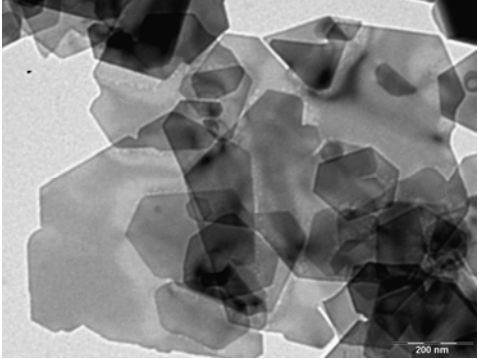
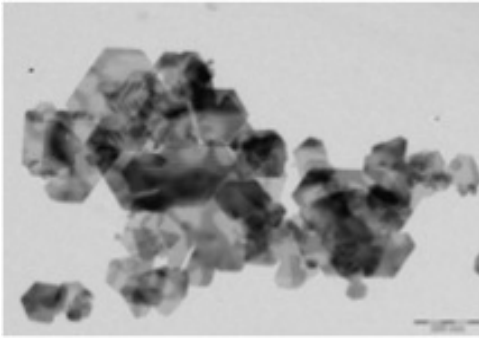
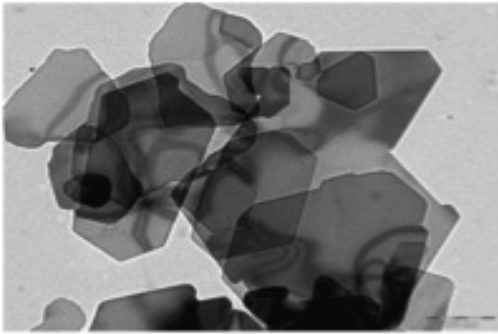
# **Annexes**

---

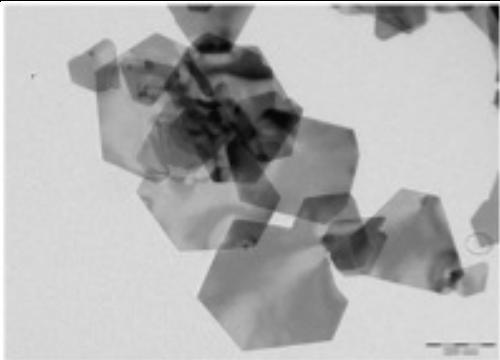
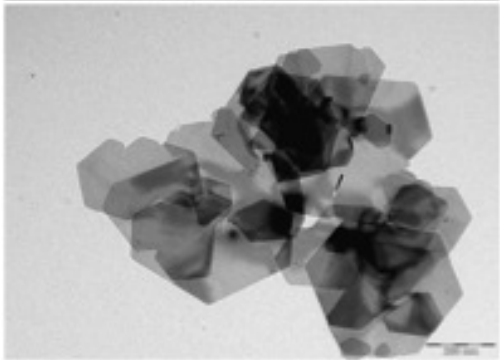
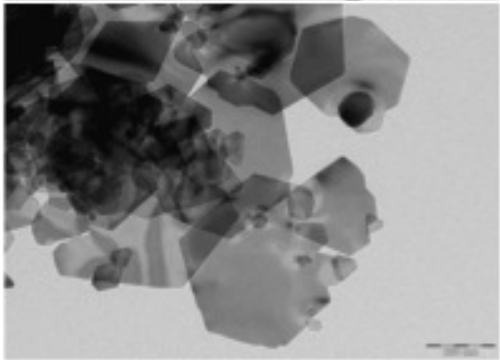
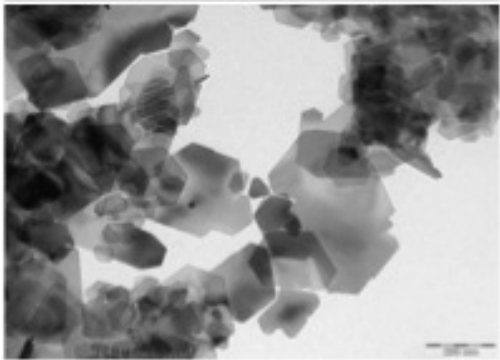


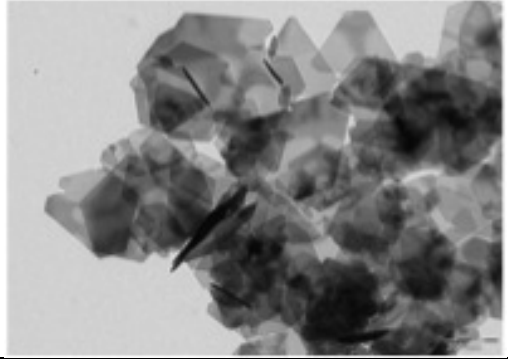
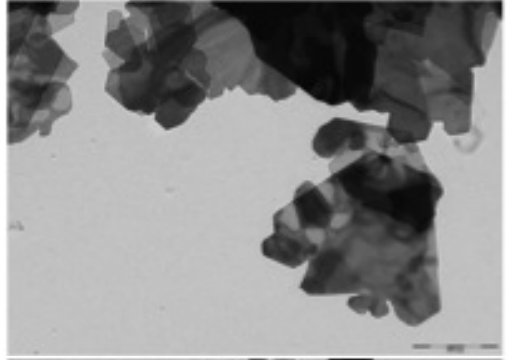
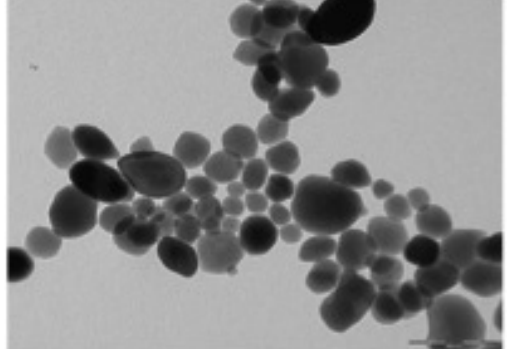
## Annexe A

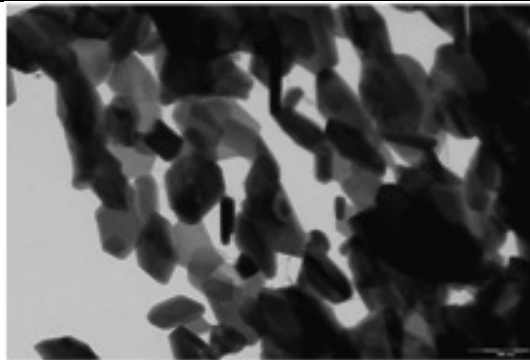
### Les différents lots de nanoparticules synthétisées (par S. Neveu)

	Synthèse	Autoclave	Four	Surfa ction	Disper sion	MET
S361	2,690g Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 0,217 g Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + NaOH	200°C, 5 jours				
S362	2,690g Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 0,294 g Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + NaOH	200°C, 5 jours				
S363	2,690g Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 0,219 g Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + NaOH	200°C, 5 jours				



<b>S364</b>	2,690g Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 0,219 g Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + NaOH	200°C, 5 jours				
<b>S365</b>	2,690g Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 0,219 g Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + NaOH	200°C, 2,5 jours	900° C 8h			
<b>S366</b>	2,690g Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 0,219 g Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + NaOH	200°C, 1,5 jours	800° C 8h			
<b>S374</b>	2,690g Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 0,219 g Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 5% cit + NaOH					
<b>S375</b>	13,45g Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 1,095g Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + NaOH	200°C, 5 jours		BNE	Camph ene	

<b>S376</b>	13,45g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ + 1,095g $\text{Ba}(\text{NO}_3)_3$ + NaOH	200°C, 5 jours		BNE	Camph ène	
<b>S380</b>	13,45g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ + 1,095g $\text{Ba}(\text{NO}_3)_3$ + NaOH	200°C, 5 jours	900° C 8h			
<b>S386</b>	13,45g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ + 1,095g $\text{Ba}(\text{NO}_3)_3$ + NaOH	200°C, 5 jours	800° C 8h			
<b>S387</b>	13,45g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ + 1,095g $\text{Ba}(\text{NO}_3)_3$ + NaOH	200°C, 5 jours	800° C 8h			
<b>S394</b>	13,45g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ + 1,095g $\text{Ba}(\text{NO}_3)_3$ + NaOH	200°C, 5 jours	800° C 8h			
<b>S395</b>	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ + $\text{FeCl}_2$ + $\text{Ba}(\text{NO}_3)_3$ + NaOH					

<b>S396</b>	Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + FeCl <sub>2</sub> + Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + NaOH					
<b>S398</b>	2,690g Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 0,219 g Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 5% cit + NaOH					
<b>S404</b>	13,45g Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + 1,095g Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> + NaOH	140°C 2,5 jours	800° C 8h			
<b>S405</b>		180°C, 12h	800° C 8h			

## Annexe B

### Bandes de Fréquences

Désignation	Domaine de fréquences (GHz)
VHF	0.03 – 0.30
UHF	0.30 – 1.00
Bande L	1 – 2
Bande S	2 – 4
Bande C	4 – 8
Bande X	8 – 12
Bande Ku	12 – 18
Bande K	18 – 26.5
Bande Ka	26.5 – 40
Bande Q	33 – 50
Bande U	40 – 60
Bande V	50 – 75
Bande E	60 – 90
Bande W	75 – 110
Bande F	90 – 140
Bande D	110 – 170
Bande G	140 – 220

## Annexe C

### Unités de Conversion

Terme Magnétique	Symbole	Unité SI	Unité CGS	Facteur de conversion
Induction magnétique	B	Tesla (T)	Gauss (G)	1 T=10 <sup>4</sup> G
Champ magnétique	H	A/m	Oersted (Oe)	1 A/m=4π/10 <sup>3</sup> Oe
Aimantation	M	A/m	Emu/cm <sup>3</sup>	1 A/m=10 <sup>-3</sup> emu/cm <sup>3</sup>
Aimantation massique	σ	Am <sup>2</sup> /Kg	Emu/g	1 Am <sup>2</sup> /Kg=1 emu/g
Moment magnétique	m	Am <sup>2</sup>	emu	1 Am <sup>2</sup> =10 <sup>3</sup> emu
Susceptibilité volumique	κ	Sans dimension	Sans dimension	4π (SI)= 1 (CGS)
Susceptibilité massique	χ	m <sup>3</sup> /kg	Emu/Oe.g	1 m <sup>3</sup> /kg=10 <sup>3</sup> /4π emu/Oe.g
Perméabilité de l'espace	μ <sub>0</sub>	H/m	Sans dimension	4π.10 <sup>-7</sup> =1 (CGS)

A= ampère

cm=centimètre

emu= unité électromagnétique

g=gramme

kg=kilogramme

m=mètre

H=Henry

## Annexe D

### Liste des symboles

$x, y, z$  : Coordonnées rectangulaires

$\rho, \phi, z$  : Coordonnées cylindriques

$E$  : Intensité du champ électrique

$H$  : Intensité du champ magnétique

$E_\rho, E_\phi, E_z$  : Composantes cylindriques du champ électrique

$E_x, E_y, E_z$  : Composantes rectangulaires du champ électrique

$H_\rho, H_\phi, H_z$  : Composantes cylindriques du champ électrique

$H_x, H_y, H_z$  : Composantes rectangulaires du champ électrique

$\omega$  : Fréquence angulaire

$\lambda_0$  : Longueur d'onde du vide

$t$  : Temps

$4\pi M_s$  : Aimantation du ferrite

$\Delta H$  : Largeur de résonance du ferrite à mi-hauteur

$H_i, H_0$  : Champ magnétique interne et externe

$\gamma$  : Rapport gyromagnétique

$\mu_0, \epsilon_0$  : Perméabilité et permittivité du vide

$\mu_f$  : Tenseur de perméabilité relative du ferrite

$\mu, j\kappa$  : Éléments diagonal et non diagonal du tenseur de perméabilité  $\mu$

$\epsilon$  : Permittivité relative du ferrite

## Annexe E

### Caractéristiques de SU-8 de MicroChem

#### Resist Description

Property	SU-8 2000	SU-8 3000
Tone	Negative	Negative
Max Single Coat Thickness, $\mu\text{m}$	250	100
Aspect Ratio	10:1	5:1
Storage Condition/Life	15-30°C/1 yr	15-30°C/ 1 yr

#### Film Mechanical Properties\*

Property	SU-8 2000	SU-8 3000
Softening point, DMA ( $^{\circ}\text{C}$ )	210	200
Thermal Stability in Nitrogen, onset/5% weight loss ( $^{\circ}\text{C}$ )	295/327	277/357
Thermal Stability in Air, onset/5% weight loss ( $^{\circ}\text{C}$ )	279/311	
Young's Modulus (GPa)	2.0	2.0
Coeff. of Thermal Expansion, CTE (ppm/ $^{\circ}\text{C}$ )	52	52
Tensile Strength (MPa)	60	73
Elongation at Break (%)	6.5	4.8
Thermal Conductivity (W/m. $^{\circ}\text{K}$ )	0.3	0.2

*\* All samples hardbaked at 150°C/30min*

**Film Electrical Properties\***

Property	SU-8 2000	SU-8 3000
Dielectric Constant, 1 GHz, 50% RH	4.1	3.2
Dielectric loss, 1 GHz	0.015	0.033
Dielectric Strength (V/ $\mu$ m)	112	115
Volume Resistivity ( $\Omega$ .cm)	2.8 x 10 <sup>16</sup>	1.8 x 10 <sup>16</sup>
Surface Resistivity ( $\Omega$ .cm)	1.8 x 10 <sup>17</sup>	5.1 x 10 <sup>16</sup>

*\* All samples hardbaked at 150°C/30min*

**Adhesion- Shear Analysis**

Substrate	SU-8 2000 (MPa)	SU-8 3000 (MPa)
Si	53	71
SiN	43	73
GaAs	66	78
Ni	45	48
Au	29	47
Al/Cu (99/1)	23	43
Cu	38	80
Cu with AP-300 adhesion promoter	56	-
Glass	poor	23
Glass with HMDS prime	poor	44
Glass/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> with AP-300 adhesion promoter	92	-





---

# **Valorisation du travail de recherche**

---



# Valorisation du travail de recherche

## Revue Scientifiques

---

**T. Boyajian**, D. Vincent, M. Le Berre, S. Neveu, «*Magnetic Behavior of Barium Hexaferrite Nanoparticles*», Advanced Materials Research Vol. 324 (2011) pp 286-289, (2011) Trans Tech Publications, Switzerland, ISBN-13: 978-3-03785-229-3.

## Communications Internationales

---

**Taline Boyajian**, Didier Vincent, Sophie Neveu, Martine Le Berre and Jean-Jacques Rousseau, «*Coplanar Circulator Made from Composite Magnetic Material*», IEEE MTT-S International Microwave Symposium, 5-10 June 2011, Baltimore, USA.

**T. Boyajian**, D. Vincent, M. Le Berre, S. Neveu, «*Study of a Coplanar Circulator Based on a Barium Hexaferrite Nanocomposite*», The 29<sup>th</sup> Progress in Electromagnetics Research Symposium, 20-23 March 2011, Marrakesh, Morocco.

## Communications Nationales

---

**Taline Boyajian**, Didier Vincent, «*Étude numérique d'un circulateur coplanaire à base de particules d'hexaferrite de baryum*», 17es Journées nationales Micro-ondes, 18-20 mai 2011, Brest, France.

**T. BOYAJIAN**, D. VINCENT, S. NEVEU, A. RUCKLY, X. CHAUD, F. CHOUEIKANI, B. PAYET-GERVY, «*Caractérisations des nanoparticules d'hexaferrite de baryum pour la réalisation d'un matériau composite orienté*», 11èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux, 31 mars-2 avril 2010, Brest, France.

**T. BOYAJIAN**, D. VINCENT, M. LE BERRE, X. CHAUD, E. BEAUGNON, S. NEVEU, «*Étude et réalisation d'un circulateur hyperfréquence à nano-particules magnétiques orientées dans la bande 40-60 GHz*», GDR ondes, 2-4 Novembre 2009, CNAM, Paris, France.





# RÉSUMÉ

---

## Étude et réalisation d'un circulateur hyperfréquence à nano particules magnétiques orientées dans la bande 40 – 60 GHz

Les composants passifs hyperfréquences deviennent de plus en plus commercialisés et employés dans les systèmes de télécommunications. La croissance technologique et l'augmentation de la demande des nouvelles applications requièrent de meilleures performances et de moindres coûts. Dans les applications sans fil et notamment dans les modules « émission/réception », les circulateurs sont utilisés pour l'émission et la réception des signaux simultanément à l'aide d'une seule antenne. Les couches magnétiques traditionnellement déposées et intégrées exigent une cristallisation à haute température ainsi que l'application d'un champ magnétique externe pour garder l'orientation des moments magnétiques. Cette orientation est cependant obtenue par des aimants lourds et volumineux. Devant ces limitations technologiques ainsi que la demande de miniaturisation, l'emploi de l'hexaferrite de baryum sous sa forme particulière devrait permettre le développement de circulateurs auto-polarisés et miniaturisés à matériaux magnétiques composites. Les travaux présentés dans ce manuscrit ont pour objectif d'étudier et de réaliser un circulateur hyperfréquence à nano particules magnétiques orientées dans la bande 40 – 60 GHz. L'état de l'art expose les différentes topologies de circulateurs dont la topologie coplanaire est choisie pour notre application. L'étude analytique est basée sur les travaux de Bosma permettant de modéliser le circulateur triplaque. Les principales dimensions géométriques obtenues sont ensuite transposées vers la structure coplanaire en 3D à l'aide de l'outil de simulation HFSS. Devant les limitations de cet outil, différentes structures ont été étudiées et simulées numériquement pour présenter au mieux le matériau composite. Plusieurs séries de prototypes sont ensuite fabriquées à partir des structures optimisées en simulation numérique. Le matériau magnétique composite déposé a des épaisseurs de 40 et 100  $\mu\text{m}$ . Les caractérisations hyperfréquences montrent la performance des dispositifs réalisés. Des pistes de recherche sont proposées pour l'amélioration des performances de nos prototypes.

**Mots-clés :** Circulateur coplanaire, ferrite, nanocomposite magnétique, nanoparticules d'hexaferrite de baryum, caractérisation hyperfréquence, composants passifs, SU-8.

# ABSTRACT

---

## Study and fabrication of a microwave circulator with magnetic nanoparticles oriented in the 40 – 60 GHz range

Microwave passive components become increasingly commercialized and used in telecommunications systems. Technological growth and the increased demand for new applications require higher performance and lower costs. In wireless applications, especially in "transceivers", circulators are used for transmitting and receiving signals simultaneously using a single antenna. Magnetic layers traditionally deposited and integrated require a high crystallization temperature and the application of an external magnetic field to keep the orientation of magnetic moments. This orientation is however obtained by heavy and bulky magnets. Given these technological limitations and the need to miniaturize, the use of barium hexaferrite particles envisages the development of self-biased and miniaturized circulators having magnetic composite materials. The ambition of this work is to study and to fabricate a microwave circulator with magnetic nanoparticles oriented in the 40 - 60 GHz range. The state of the art describes various topologies coplanar circulators from which the coplanar topology is chosen for our application. The analytical study is based on Bosma's work to model the stripline circulator. The main geometric dimensions obtained are then transposed to the coplanar structure using the 3D simulation tool HFSS. Faced with this tool's limitations, different structures were studied and simulated numerically to shape the best the composite material. Several series of prototypes are then manufactured. The magnetic composite material was deposited in layers having thicknesses of 40 and 100  $\mu\text{m}$ . The microwave characterizations show the performance of the fabricated device. Research tracks are proposed to improve the performance of our prototypes.

**Keywords:** Coplanar circulator, ferrite, magnetic nanocomposite, barium hexaferrite nanoparticles, microwave characterization, passive components, SU-8.