

# Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

Radwan Dib

#### ► To cite this version:

Radwan Dib. Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde. Optique / photonique. Université Jean Monnet - Saint-Etienne; Université Libanaise, 2014. Français. NNT: 2014STET4014. tel-01187109

# HAL Id: tel-01187109 https://theses.hal.science/tel-01187109

Submitted on 26 Aug 2015

**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 en Cotutelle

pour obtenir le grade de DOCTEUR DE L'UNIVERSITE JEAN MONNET DE SAINT ETIENNE ET DE L'UNIVERISTE LIBANAISE Discipline: Optique Photonique Hyperfréquences

**Radwan DIB** 

# Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

Thèse dirigée par Didier VINCENT et Akil JRAD

Soutenue le 23 octobre 2014 devant les membres du jury

P. XAVIER	Professeur, Université de Grenoble, France	Rapporteur
W. KAMALI	Professeur, Université Al-Manar, Liban	Rapporteur
M-F. BLANC MIGNON	Maître de conférences, Université Jean Monnet, France	Examinateur
D. VINCENT	Professeur, Université Jean Monnet, France	Directeur
A. JRAD	Professeur, Université Libanaise, Liban	Directeur
A. ELRAFHI	Professeur, Université Libanaise, Liban	Co-directeur

## Remerciements

Ce travail a été réalisé en cotutelle aux seins du Laboratoire Télécom Claude Chappe (LT2C) de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne et du Laboratoire des Systèmes électroniques, Télécommunications et Réseaux (LaSTRe) du Centre Azm - Université Libanaise. Il a été financé d'une partie par la région Rhône-Alpes à qui j'exprime mes sincères reconnaissances.

Je voudrais tout d'abord exprimer ma profonde reconnaissance à mes directeurs de thèse, Didier VINCENT, professeur à l'école d'ingénieurs de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne, Akil JRAD, professeur à l'Université Libanaise, et Ahmad ELRAFHI, doyen de la faculté de génie à l'Université Libano-Française co-directeur de cette thèse.

Monsieur D. VINCENT pour tous ses précieux conseils, sa grande disponibilité, sa gentillesse mais aussi ses vastes connaissances scientifiques. Je le remercie très sincèrement pour son vif intérêt pour le bon déroulement de mes séjours à Saint Etienne et de l'avancement de mes travaux.

Monsieur A. JRAD, pour m'avoir suivi et conseillé tout au long de ce travail de thèse. Je le remercie pour ses commentaires forts utiles et de m'avoir soutenu et encouragé.

Monsieur A. ELRAFHI pour sa confiance qu'il m'a accordée, ses remarques et ses encouragements que ce soit durant son séjour en France ou au Liban. J'ai pu bénéficier de sa compétence reconnue dans le domaine de caractérisation des matériaux. Je lui exprime mon profond respect.

Je saisis cette occasion pour remercier Jean-Jacques ROUSSEAU, directeur du laboratoire LT2C, et Mohamad KHALIL, directeur du Centre Azm de l'université Libanaise, pour m'avoir accueilli au sein de ces deux équipes et permis ainsi d'effectuer ce travail dans les meilleures conditions.

Je tiens également à remercier vivement Messieurs Pascal XAVIER, professeur à l'Université Joseph Fourier (Grenoble, France) et Walid KAMALI, doyen de la faculté de génie à l'université Al-Manar (Tripoli, Liban) qui m'ont fait l'honneur en acceptant d'être rapporteurs de ce travail ainsi que les autres membres du jury. Je remercie sincèrement:

- En France, tous les membres du laboratoire LT2C qui m'ont apporté leur aide et leur soutien. Je précise particulièrement Jean-Pierre Chatelon pour les mesures au profilomètre de mes films minces et Eric Geai de m'avoir aidé à la fabrication des dispositifs de mesures que l'on a utilisés dans le cadre de projet de thèse,
- Au Liban, tous les membres et le personnel du Centre Azm pour leur collaboration et leur support.

Je n'oublie pas de remercier tous mes collègues de bureau pour leur appui amical, leur ambiance agréable et leur sympathie.

Et pour finir, je remercie ma famille et mes amis pour la confiance que vous m'avez accordée et pour votre soutien et vos encouragements depuis le début. Ce travail est aussi le vôtre...

# Sommaire

Introduction Générale	10
Chapitre I: Rappel sur les principales caractéristiques des matériaux	.13
I.1. Introduction	16
I.2. Les micro-ondes	16
I.3. Equations de Maxwell	17
I.4. Classification des matériaux	19
I.4.1. Matériaux linéaires et non linéaires	19
I.4.2. Matériaux isotropes et anisotropes	19
I.4.3. Matériaux homogènes	19
I.4.4. Matériaux hétérogènes	20
I.5. Autre classification des matériaux	20
I.5.1. Matériaux conducteur et semi-conducteurs	20
I.5.2. Matériaux diélectriques	21
I.5.3. Matériaux magnétique	32
I.6. Matériaux multicouches	
I.6.1. Propriétés EM des matériaux multicouches	34
I.7. Conclusion	35
Chapitre II : Etat de l'art sur les méthodes de caractérisation	de
matériaux	
II.1. Introduction	38
II.2. Méthodes de caractérisations	
II.2.1. Méthode en capacité parallèle	40
II.2.2. Méthodes guidées	41

II.2.3. Méthode de mesure en sonde coaxiale	44
II.2.4. Méthode en espace libre	45
II.2.5. Méthode en cavité résonante	46
II.3. Etude comparative des différentes méthodes	48
Chapitre III : Etude et simulation de la technique	de la cavité
résonante ; proposition d'une nouvelle approche pour la c	aractérisation
des couches minces	51
III.1. Introduction	54
III.2. Rappels sur les cavités	55
III.2.1. Généralités	55
III.2.2. Paramètres de la cavité	56
III.2.3. Représentation schématique de la cavité	59
III.2.4. Couplage avec l'extérieur	61
III.2.5. Adaptation cavité - guide d'onde	63
III.2.6. Choix de la forme de la cavité	64
III.2.7. Choix du mode de travail	64
III.3. Méthode des perturbations en cavité résonante	64
III.3.1. Principe de la méthode	65
III.3.2. Calcul du coefficient de remplissage N	68
III.4. Matériau effectif à deux couches diélectriques	70
III.5. Permittivité moyenne du milieu bicouche	73
III.6. Outil de simulation	75
III.6.1. Procédure et conditions de simulation	76
III.7. Simulation de la cavité résonante	77
III.7.1. Conception de la cavité	77
III.7.2. Vérification du mode choisi	79

III.7.3. Caractérisation diélectrique de matériaux	79
III.8. Limites de validation de la méthode des perturbations	80
III.8.1. Modélisation des champs pour un échantillon d'alumine	83
III.9. Caractérisation des matériaux bicouches	83
III.9.1. Préparation de l'échantillon	83
III.9.2. Validation de la méthode présentée	84
III.10. Conclusion	88
Chapitre IV : Vérification expérimentale et caractérisation	des
couches diélectriques et magnétiques	90
IV.1. Introduction	92
IV.2. Réalisation du système de mesure	92
IV.2.1. Le montage expérimental	92
IV.2.2. Validation de la mesure en cavité résonante	95
IV.3. Assemblage de couches	95
IV.3.1. Le collage	95
IV.3.2. Trempage-retrait (Dip coating)	96
IV.4. Préparation des échantillons bicouches	97
IV.4.1. Préparation du substrat	97
IV.4.2. Dépôt des couches	97
IV.4.3. Mesure de l'épaisseur : Le profilomètre	98
IV.5. Mesures diélectriques	99
IV.5.1. Couche de YIG déposée sur l'alumine par pulvérisation cathodique RF	101
IV.5.2. Etude de l'effet de la colle Géofix	102
IV.5.3. La précision de mesure	102
IV.5.4. Analyse d'incertitude	103
IV.6. Mesures magnétiques	.105
Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches cavité résonante microonde	par

IV.6.1. Le banc de caractérisation	106
IV.6.2. La perméabilité magnétique de la couche de YIG pulvérisée	107
IV.6.3. Mesure de deux couches ferromagnétiques différentes	
IV.7. Conclusion	110
Conclusion Générale	112
Annexe A	
Annexe B	122
Annexe E	

# **Introduction Générale**

Les matériaux multicouches ont connu dans les dernières décennies une grande progression dans différentes applications d'ingénierie, par exemple, dans les radiocommunications. Ces matériaux résultent de l'empilement de couches qui diffèrent en épaisseurs et en propriétés pour fournir un nouveau milieu dont les propriétés sont particulières.

L'ingénierie micro-onde, comme beaucoup d'autres secteurs industriels, a mis à profit les caractéristiques intéressantes de ces matériaux afin de synthétiser des substrats aux propriétés électromagnétiques spécifiques utilisés dans des nouveaux dispositifs (circuit intégré monolithique hyperfréquence, nouveaux filtres...) rencontrés avec l'évolution des systèmes et des technologies de communication. La connaissance précise des paramètres constitutifs telles que la permittivité et la perméabilité de différentes couches constituant ces substrats est extrêmement importante, d'une part pour la compréhension des caractéristiques de propagation des ondes électromagnétiques dans ces milieux, d'autre part parce qu'elles doivent être maîtrisées dans la perspective d'applications.

Dans la littérature, les méthodes de caractérisation des matériaux en hyperfréquence sont diverses et variées, des méthodes destructives et non destructives, des méthodes résonantes mono fréquence, ou des méthodes en réflexion/transmission large bande. Parmi ceux-ci, la technique de mesure en cavité résonante est généralement préférée pour la mesure diélectrique ( $\epsilon$ ) et magnétique ( $\mu$ ) en hyperfréquence en raison de sa précision et la simplicité de calcul des propriétés diélectriques. Cependant, le principe de fonctionnement de la méthode des perturbations qui lui est appliquée pour extraire les formules d'application repose fondamentalement sur l'effet perturbateur global grâce au volume du matériau inséré dans la cavité. Ainsi, il n'est pas possible, dans le cas d'un matériau multicouche, de mesurer une couche en particulier. L'objectif principal présenté dans ce mémoire de thèse est de proposer une nouvelle approche permettant de caractériser une couche en particulier faisant partie d'une structure bicouche. Nous partons du principe que pour un empilement multicouche de différents matériaux, la permittivité diélectrique effective dépend essentiellement des permittivités des matériaux constituants et aussi de leur épaisseur (ou de leur volume). Ainsi, la mesure de la permittivité effective permet de déterminer la

permittivité d'une couche en particulier connaissant les épaisseurs, ou déterminer l'épaisseur d'une couche de la structure constituant le système multicouche connaissant leur permittivité.

Ce mémoire est décomposé en quatre chapitres. Dans le premier, on expose les notions de base ayant un lien avec le sujet en question. Nous rappelons les classifications des matériaux en fonction de leurs propriétés macroscopiques et de leurs applications de point de vue électromagnétique. Nous nous intéressons plus particulièrement aux matériaux diélectriques et magnétiques en définissant leurs propriétés caractéristiques. Nous détaillons les différents phénomènes observés dans le cas des matériaux diélectriques soumis au champ électrique externe. Enfin, la structure et les propriétés électromagnétiques des milieux multicouches sont détaillées.

Le deuxième chapitre présente une revue bibliographique des différentes méthodes de caractérisation de matériaux en hyperfréquences. Ces méthodes sont détaillées en mettant l'accent sur le principe de fonctionnement, la précision de mesure et la plage et le domaine de fréquences à explorer, en plus d'autres critères qui permettent de faire une analyse critique et ainsi de sélectionner la méthode de mesure la mieux adaptée à nos mesures.

Le troisième chapitre propose une nouvelle approche de caractérisation de couches minces déposées sur substrats. Cette approche résulte des formules d'application obtenues par la méthode des perturbations appliquée à la cavité résonante. Le principe réside dans la mise en relation des propriétés diélectriques globales du matériau bicouche d'une part et des propriétés diélectriques et l'épaisseur de différentes couches d'autre part. Dans un premier lieu, nous présentons les notions de base concernant la cavité résonante en rappelant le principe de la méthode des perturbations. Ensuite nous présentons une définition théorique du milieu « effectif » comme l'association de deux couches diélectriques. Les paramètres S sont calculés en fonction de propriétés électriques « effectives » du matériau. La dernière partie est dédiée à la simulation du système de mesure en cavité résonante au moyen du logiciel HFSS. Le but est de valider par simulation les calculs théoriques effectués sur les milieux bicouches.

Le quatrième chapitre est consacré à la validation expérimentale de la méthode proposée. Le but est de caractériser des couches minces déposées sur substrats d'alumine. Une première partie concerne la réalisation du système de mesure par la cavité résonante au moyen duquel les propriétés diélectriques moyennes des échantillons bicouches sont déterminées. Des matériaux tests comme le téflon et l'alumine ont été utilisé pour vérifier la validité de la mesure par ce système. Dans une deuxième partie, les résultats obtenus sur la caractérisation diélectriques de nos couches sont présentés et comparés aux résultats publiés dans la littérature. Nous présentons également une analyse de sensibilité pour la méthode proposée. La dernière partie de ce chapitre concerne des mesures de perméabilité magnétique effective.

Pour terminer l'étude, une conclusion générale permet de synthétiser ce travail. Nous discutons les résultats obtenus ainsi que les perspectives qui pourront constituer la suite de ce travail de recherche.

# Chapitre I : Rappel sur les principales caractéristiques des matériaux

# Chapitre I: Rappel sur les principales caractéristiques des matériaux

I.1. Introduction	16
I.2. Les micro-ondes	16
I.3. Equations de Maxwell	17
I.4. Classification des matériaux	19
I.4.1. Matériaux linéaires et non linéaires	
I.4.2. Matériaux isotropes et anisotropes	
I.4.3. Matériaux homogènes	19
I.4.4. Matériaux hétérogènes	
I.5. Autre classification des matériaux	20
I.5.1. Matériaux conducteur et semi-conducteurs	
I.5.2. Matériaux diélectriques	
I.5.3. Matériaux magnétique	
I.6. Matériaux multicouches	
I.6.1. Propriétés EM des matériaux multicouches	
I.7. Conclusion	35

# I.1. Introduction

Dans ce chapitre les classifications des matériaux sont présentées de point de vue électromagnétique en mettant l'accent sur les matériaux diélectriques et magnétiques. Nous présentons leurs caractéristiques distinctives. Nous détaillons l'interaction des matériaux diélectriques avec les rayonnements micro-ondes externes. Enfin, nous abordons le cas des matériaux multicouches et leurs compositions structurales ainsi que leurs propriétés électromagnétiques.

D'abord, une définition succincte des micro-ondes et des équations de Maxwell régissant les relations entre les champs et les propriétés électromagnétiques des matériaux est présentée.

# I.2. Les micro-ondes

Les micro-ondes sont des rayonnements électromagnétiques non ionisants de longueur d'onde très courte et composés d'énergie électromagnétique. Elles se situent dans les fréquences allant de 300 MHz à 300 GHz ce qui correspond à des longueurs d'onde de 1 m à 1 mm et peuvent se propager à travers l'espace libre (à la vitesse de la lumière,  $c = 3 \times 10^8$  m / s) ou à travers les matériaux (à une vitesse plus lente). La longueur d'onde  $\lambda$  d'un signal est inversement proportionnelle à sa fréquence f (dans le vide :  $\lambda = c / f$ ), de telle sorte que lorsque la fréquence augmente, la longueur d'onde diminue.

Dans le spectre électromagnétique, la gamme de fréquences des micro-ondes se trouve entre les fréquences radio et l'infrarouge (Figure I-1).



Rappelons qu'une onde électromagnétique se caractérise par deux vecteurs variables :

- Le vecteur induction magnétique  $\vec{B}$  qui définit le champ magnétique exprimé en Tesla.
- Le vecteur champ électrique E qui définit le champ électrique exprimé en volts par mètre.

Pour une onde plane se propageant dans l'espace, ces deux vecteurs sont perpendiculaires l'un par rapport à l'autre et transversaux à la direction de propagation (Figure I-2). Ainsi, en un point M, on a à un instant (t) donné :

$$\vec{E} = E_m \sin(\omega t + \phi); \ \vec{B} = B_m \sin(\omega t + \phi)$$
(I-1)

Les amplitudes  $E_m$ ,  $B_m$ , et la phase  $\phi$  varient suivant le point considéré. La pulsation  $\omega$  est liée à la fréquence par la formule classique :

$$\omega = 2\pi f \tag{I-2}$$

et dans le vide f=c/ $\lambda$ 



Figure I-2. Représentation de l'onde électromagnétique.

## I.3. Equations de Maxwell

Dans un matériau exposé à un rayonnement électromagnétique, les répartitions des champs électrique et magnétique sont fonction des propriétés électriques associées à la permittivité et des propriétés magnétiques associées à la perméabilité. Les relations qui lient les champs et les propriétés sont exprimées par les équations de Maxwell [2] :

$$rot\vec{E} = -j\mu\omega\vec{H} \tag{I-3}$$

$$rot\vec{H} = j\mu\varepsilon\vec{H} + \sigma\vec{E} \tag{I-4}$$

$$div\vec{E} = \rho/\varepsilon \tag{I-5}$$

$$div\vec{H} = 0 \tag{I-6}$$

Où  $\vec{E}$  est le vecteur du champ électrique exprimé en V.m-1,

 $\vec{H}$  est le vecteur du champ magnétique exprimé en Tesla (T),

 $\epsilon$  est la permittivité diélectrique absolue du milieu,

 $\mu$  est la perméabilité magnétique absolue du milieu.

Les solutions de ces équations nous donnent les répartitions des champs.

En partant des équations de Maxwell, on établit l'équation de propagation de l'onde correspondant au champ électrique dans un milieu homogène.

$$\Delta \vec{E} + \gamma_0^2 \vec{E} = 0 \tag{I-7}$$

Avec

$$\gamma_0^2 = j\omega\mu(\sigma + j\omega\varepsilon) \tag{I-8}$$

 $\gamma_0$ : est la constante de propagation en espace libre, c'est un nombre complexe qui dépend des caractéristiques électriques du milieu de propagation.

$$\gamma_0 = \alpha_0 + j\beta_0 \tag{I-9}$$

Avec  $\alpha_0$  et  $\beta_0$  sont respectivement l'atténuation ou le coefficient d'affaiblissement et la constante de propagation ou de phase.

Le terme réel  $\alpha_0$  correspond aux pertes et est exprimé en népers / unité de longueur alors que le terme imaginaire  $\beta_0$  est responsable du changement de phase et est exprimé en radians / unité de longueur

Une solution de l'équation différentielle est donnée par :

$$E = E_i e^{-\gamma_0 z} + E_r e^{+\gamma_0 z}$$
 (I-10)

Considérons uniquement le cas de l'onde incidente du champ électrique :

$$E = E_i e^{\alpha_0 z} e^{-j\beta z} \tag{I-11}$$

 $e^{\alpha_0 z}$  est la variation de l'amplitude du champ E suivant l'axe z, donc en se propageant vers z l'onde s'atténue exponentiellement.

 $e^{-j\beta z}$  correspond aux variations de phase du champ E en fonction du déplacement.

# I.4. Classification des matériaux

De point de vue macroscopique, les matériaux peuvent être divisés en [3]: matériaux linéaires et non linéaires, matériaux isotropes et anisotropes et matériaux homogènes et hétérogènes (composites et multicouches). Dans la suite, nous définissons ces différents matériaux.

#### I.4.1. Matériaux linéaires et non linéaires

Un matériau est dit linéaire s'il répond linéairement aux champs électromagnétiques appliqués. Dans le cas contraire, le matériau est dit non linéaire.

#### I.4.2. Matériaux isotropes et anisotropes

Les propriétés électromagnétiques du matériau isotrope sont supposées les mêmes dans toutes les directions de l'espace et peuvent être représentées par des grandeurs scalaires ou complexes. Ce n'est plus le cas dans un milieu anisotrope. Les propriétés électromagnétiques sont alors représentées par des grandeurs tensorielles.

#### I.4.3. Matériaux homogènes

Le matériau homogène ou monolithique se compose d'un seul constituant (une seule matière). En d'autres termes, les propriétés électromagnétiques sont supposées identiques dans tout le volume du matériau, elles sont spatialement indépendantes.

## I.4.4. Matériaux hétérogènes

Au contraire du cas précèdent, les matériaux hétérogènes ne possèdent pas les mêmes propriétés électromagnétiques en tout point dans l'espace. Ils peuvent être classés selon leur composition en deux grandes classes : composites et multicouches.

Le matériau composite se compose de plusieurs constituants. L'un des constituants est appelé milieu hôte et les autres sont appelés inclusions. La prédiction des propriétés électromagnétiques de ces milieux, connaissant les propriétés de ses constituants, n'est pas toujours évidente. Il existe des nombreuses formules analytiques décrivant ces milieux.

Le matériau multicouche ou stratifié est un milieu divisé en couches de matériaux de différentes natures. Ce type de matériau est étudié plus particulièrement plus loin dans ce chapitre.

Notons que tous les matériaux étudiés dans ce travail sont bicouches dont chacune est supposée homogène et isotrope.

# I.5. Autre classification des matériaux

En fonction de leurs applications, les matériaux peuvent aussi être classifiés en deux grandes catégories: conducteurs et semi-conducteurs, diélectriques et magnétiques. Nous nous intéressons dans ce mémoire de thèse aux matériaux diélectriques et magnétiques.

## I.5.1. Matériaux conducteur et semi-conducteurs

Nous appelons conducteur tout matériau qui possède des porteurs ou charges libres en concentration importante. Ces porteurs peuvent être des électrons (dans les métaux...) ou des ions (électrodes...). Le vecteur densité de courant  $(\vec{J})$  due au mouvement de ces charges libres sous l'action d'un champ électrique  $\vec{E}$  est donnée par :

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \tag{I-12}$$

Où  $\sigma$  est la conductivité.

Par contre, il existe des matériaux possédant peu d'électrons pour participer à la conduction. Ce sont des isolants aussi appelés diélectriques. Entre les deux extrêmes se trouvent les semi-conducteurs où la conductivité électrique est intermédiaire entre celle des conducteurs et celle des isolants.

#### I.5.2. Matériaux diélectriques

Un matériau est dit diélectrique lorsqu'il ne contient pas de charges libres dans sa structure et ne permet pas la circulation d'un courant électrique significatif. Cependant, les diélectriques réels peuvent comporter des molécules polaires (existence d'un moment dipolaire permanent) et des molécules plus ou moins facilement polarisables. Ils peuvent aussi contenir des charges libres qui proviennent des impuretés et susceptibles de se déplacer sous l'action d'un champ électrique externe.

Un diélectrique est caractérisé par sa permittivité complexe ( $\varepsilon^*$ ) représentant la réponse du matériau diélectrique à une excitation par un champ électrique. Elle s'exprime par la relation suivante :

$$\vec{D} = \varepsilon^* \vec{E} \tag{I-13}$$

Avec  $\vec{D}$  est le vecteur d'induction électrique

La constante diélectrique s'écrit:

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon^{"} \tag{I-14}$$

Avec  $\varepsilon'$  est la partie réelle de la permittivité ou la constante diélectrique

 $\varepsilon^{''}$  est la partie imaginaire de la permittivité ou le facteur de perte

La permittivité absolue  $\varepsilon^*$  est dite permittivité relative  $\varepsilon_r^*$  lorsqu'elle est normalisée par rapport à la permittivité du vide  $\varepsilon_0$  ( $\varepsilon_0 = 8.854 \ 10^{12} \ \text{F/m}$ ):

$$\varepsilon = \varepsilon_r \varepsilon_0 \tag{I-15}$$

et

$$\varepsilon_r^* = \varepsilon_r' - \varepsilon_r^{"} \tag{I-16}$$

Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

Dans la littérature, les propriétés diélectriques des matériaux sont souvent représentées par la constante diélectrique  $\varepsilon'_r$ , et tangente de l'angle de pertes tan  $\delta$  qui est égale au quotient :

$$\varepsilon_r^{"}/\varepsilon_r^{'} = \varepsilon^{"}/\varepsilon^{\prime} \tag{I-17}$$

Le constant diélectrique  $\varepsilon'_r$  est associé à la capacité du matériau de stocker de l'énergie électrique dans le matériau, alors que le facteur de perte  $\varepsilon'_r$  est associé à la dissipation de l'énergie ou absorption d'énergie dans le matériau. En pratique, on utilise  $\varepsilon'_r$  ou tan( $\delta$ ).

#### I.5.2.1. Interaction micro-onde-matériau diélectrique

La propagation des micro-ondes est modifiée par le matériau diélectrique ; généralement une partie de l'onde est réfléchie, transmise et absorbée (Figure I-3).

Soit le milieu 1 (air) et le milieu 2 (matériau diélectrique) qui ont respectivement les impédances  $Z_0$  et Z (Figure I-3). Lorsque l'onde incidente passe du milieu 1 (air) au milieu 2 (matériau), la désadaptation d'impédance ( $Z_0 > Z$ ) induit l'apparition d'une onde réfléchie dont l'amplitude est d'autant plus forte que l'écart de permittivité entre les deux milieux est élevée. La part de l'onde transmise se propage avec un affaiblissement de son amplitude dépendant du facteur de perte  $\varepsilon_r^{"}$ . En outre, on observe un changement de vitesse de propagation liée à la valeur de la permittivité du matériau ( $\lambda = \frac{\lambda_0}{\sqrt{\varepsilon_r'}}$ ). Plus cette dernière est

élevée plus la vitesse de l'onde dans le matériau est plus lent.



Figure I-3. Interaction micro-onde-matière.

Dans l'interaction micro-onde matière, l'ampleur de l'affaiblissement de l'onde dans le matériau dépend des propriétés diélectriques et de la fréquence de l'onde incidente. On définit alors la profondeur de pénétration ( $\delta$ ) qui fait l'objet du paragraphe suivant.

#### I.5.2.2. La profondeur de pénétration

Lorsqu'une onde électromagnétique rencontre un milieu diélectrique, une partie de cette onde est réfléchie et l'autre partie y pénètre. En se propageant dans le matériau à partir de la surface, les ondes transfèrent progressivement leur énergie (Figure I-4).



Figure I-4. Transition de puissance de l'onde électromagnétique au matériau diélectrique possédant un facteur de perte important.

L'absorption progressive de la puissance est caractérisée par la profondeur de pénétration (d). Elle est définie comme la profondeur dans le matériau pour laquelle la puissance transmise est réduite jusqu'à 37% par rapport à la puissance entrante, soit 63% de la puissance est dissipée dans la couche surfacique du matériau.

L'équation utilisée pour déterminer la valeur de la profondeur de pénétration est donnée par :

$$d = \frac{\lambda_0 \sqrt{\varepsilon'}}{2\pi \varepsilon''} \tag{I-18}$$

Où  $\lambda_0$  est la longueur d'onde à vide.

La pénétration des ondes dans le matériau est d'autant plus grande que la longueur d'onde est grande et que les pertes diélectriques totales sont faibles.

#### I.5.2.3. Polarisation diélectrique

La polarisabilité est une propriété importante d'un diélectrique sous l'action d'un champ électrique externe. En soumettant un matériau diélectrique à un champ électrique de pulsation  $\omega$ , plusieurs mécanismes des polarisations s'opposant à l'action du champ peuvent être observés et contribuent à sa permittivité globale. Le champ appliqué impose aux ions des oscillations et met en rotation les molécules polaires. Les forces qui assurent la cohésion de la matière s'opposent à l'action de ce champ électrique, entraînant ainsi un échauffement thermique.

On distingue quatre types de polarisation : électronique, atomique, d'orientation et interfaciale et celles-ci peuvent coexister ou apparaître séparément. On définit la polarisation  $\vec{P}$  du matériau comme étant la somme par unité de volume  $\Omega$  des différents types de polarisation [4] :

$$\vec{P} = \frac{1}{\Omega} \sum_{i \in \Omega} \vec{P}_i \tag{I-19}$$

#### A - Polarisation électronique :

Ce type de polarisation est très rapide (quelques 10<sup>-15</sup> s) et peut être observée jusqu'à des fréquences optiques. Ce phénomène est présent dans tous les diélectriques, sans exception et basé sur le fait que sous un champ électrique, le nuage électronique dans chaque atome est déplacé légèrement par rapport au noyau (Figure I-5), donnant un dipôle induit. Le travail nécessaire pour l'apparition de cette déformation, n'est pas converti en chaleur mais stocké dans le champ électrique.



Figure I-5. Polarisation électronique : déplacement du nuage électronique de l'atome [5].

#### **B** - Polarisation atomique(ou ionique) :

Ce phénomène de polarisation s'établit en environ  $10^{-12}$  s. Il résulte du déplacement des atomes liés par des liaisons ioniques (Figure I-6). La polarisation atomique crée des dipôles induits; elle ne provoque pas de pertes d'énergie et intervient pour augmenter la permittivité relative ( $\varepsilon'_r$ ). Elle existe jusqu'aux fréquences correspondant à l'infrarouge.



Figure I-6. Polarisation atomique : déplacement des atomes au sein de la molécule.

#### **C** - Polarisation d'orientation (ou dipolaire) :

Elle est spécifique aux molécules polaires, c'est à dire celles qui possèdent un moment dipolaire permanent (par exemple  $H_2O$ ). En l'absence d'un champ électrique, les dipôles sont orientés de façons aléatoires, de sorte qu'aucune polarisation n'existe. Le champ électrique E exercera un couple T sur le dipôle électrique qui tend à tourner pour s'aligner suivant la ligne du champ, comme le montre la figure I-7. Lorsque le champ change de direction, le dipôle entrera en rotation.

Le frottement accompagnant l'orientation du dipôle contribue à l'élévation de température du matériau et aux pertes diélectriques. Ce phénomène provoque une variation de la constante diélectrique et des pertes diélectriques ( $\varepsilon_r'$  et  $\varepsilon_r''$ ) en fonction de la fréquence, on parle de milieu dispersif et absorbant. La fréquence de relaxation se situe habituellement dans le domaine micro-ondes (Figure I-7).



Figure I-7. Polarisation d'orientation (ou polarisation de Debye) : orientation des dipôles permanents.

#### **D** - Polarisation interfaciale (ou du type Maxwell-Wagner):

Ce mécanisme apparaît uniquement dans des milieux non homogènes avec des temps d'établissement de l'ordre de  $10^{-4}$  s. Il provient de l'accumulation de charges libres à la frontière de deux milieux de permittivités et des conductivités différentes (Figure I-8). Ce mécanisme s'affaiblie au voisinage des fréquences supérieures aux fréquences acoustiques.



Figure I-8. Polarisation interfaciale : accumulation de charges électriques aux interfaces des différentes phases.

En résumé, la polarisation conditionne à la fois la valeur de la constante diélectrique ( $\varepsilon'_r$ ) et les pertes dans les matériaux. Elle dépend de la fréquence. Sur la figure I-9, nous avons représenté en fonction des fréquences les quatre types de polarisation: électronique, atomique, d'orientation dipolaire et interfaciale.



Figure I-9. Variation de la permittivité diélectrique en fonction de la fréquence.

Aux plus basses fréquences, les quatre polarisations sont observées et contribuent à une valeur élevée de la permittivité relative  $\varepsilon'_r$ . Lorsque la fréquence augmente, les mécanismes de polarisation les plus lents disparaissent les uns après les autres et alors la permittivité décroît pour atteindre sa valeur statique  $\varepsilon'_{\infty}$  (aux fréquences très élèves).

#### I.5.2.4. Relaxation et chauffage diélectriques

Comme nous l'avons vu précédemment, dans un champ électrique alternatif, les molécules polaires tendent à s'aligner dans les sens du champ, comme le montre la figure I-10. Cependant, le changement d'orientation ne s'effectue pas immédiatement mais avec un certain retard par rapport aux changements du champ électrique externe. Ceci dépend des forces intermoléculaire et des forces d'inertie qui s'opposent à l'action du champ; le temps nécessaire pour vaincre ces forces appelé temps de relaxation  $\tau$ .

La réponse première des matériaux est donc le phénomène de polarisation, suivie de la relaxation diélectrique.



Figure I-10. Comportement des dipôles dans un champ électrique.

Aux fréquences inférieures à la relaxation, le temps de changement de direction du champ électrique est assez long pour que les dipôles soient en mesure de suivre le rythme des variations du champ. Ils restent en phase avec le champ et les pertes n'apparaissent pas. De même si les fréquences sont très élevées, le champ varie trop vite et ainsi l'ensemble des dipôles ne peut pas suivre le renversement de la polarité. Aucune énergie n'est alors perdue dans le milieu.

Il existe une fréquence intermédiaire entre ces deux extrêmes où il apparaît un retard (déphasage temporel) entre le moment dipolaire et le champ électrique entraînant une dissipation d'énergie à l'intérieur du matériau. Cette énergie perdue est responsable de l'évolution de température dans la masse du produit.

Les pertes atteignent sa valeur maximale à la fréquence  $f_c$ , liée au temps de relaxation donné par la relation suivante:

$$\tau = 1/\omega_c = 1/2\pi f_c \tag{I-20}$$

L'énergie électromagnétique est donc transformée en énergie thermique dont la puissance est proportionnelle à la distribution du champ électrique dans le produit. C'est un chauffage volumique qui a lieu à distance (Figure I-11).



Figure I-11. Schématisation de la transformation énergétique.

#### I.5.2.5. Puissance absorbée

Prenons le cas d'un volume V soumis à une onde électromagnétique, l'apport d'énergie par cette onde obéit à la relation de Poynting qui s'écrit:

$$\frac{1}{2} \int \int E\Lambda H^* ds = -\frac{1}{2} w [\iiint HB^* dv - \iiint DE^* dv] + \frac{1}{2} \sigma \iiint EE^* dv \qquad (I-21)$$

Les trois termes de gauche à droite s'interprètent ainsi :

- Le premier terme est le flux du vecteur de Poynting
- Le deuxième terme est l'énergie magnétique et électrique moyenne emmagasinée dans le volume
- Le troisième terme est l'énergie dissipée au sein du matériau
- La puissance absorbée par le milieu s'exprime de la façon suivante :

$$P_a = \int p \, d\nu = \frac{1}{2} \int \sigma |E|^2 \, d\nu = \frac{1}{2} \int \omega \varepsilon_0 \varepsilon_r^{"} |E|^2 \, d\nu = \frac{1}{2} \omega \varepsilon_0 \varepsilon_r^{"} E^2 \mathbf{v}$$
(I-22)

L'expression générale donnant la puissance absorbée par unité de volume de diélectrique est alors:

$$P_a = \pi f \varepsilon_0 \varepsilon_r' \tan \delta E^2 [W/m^3]$$
 (I-23)

Avec f : fréquence du champ électrique [Hz]

 $\epsilon_0$ : constante diélectrique du vide (8.84 •  $10^{-12}$  F/m)

 $\epsilon'$ . tan( $\delta$ ) : facteur de pertes du matériau

E: intensité du champ électrique dans le matériau [V/m]

#### I.5.2.6. Variation des propriétés diélectriques

Les propriétés diélectriques de la plupart des matériaux ( $\varepsilon_r'$  et tan( $\delta$ )) varient en fonction de plusieurs facteurs différents ; il faut toujours tenir compte du fait qu'elles sont dépendantes de la fréquence, de la température et de la teneur en humidité mais également de la structure du diélectrique. Parmi ces facteurs, nous abordons en particulier l'influence de la fréquence et de la température.

#### A - Influence de la fréquence

A l'exception de certains matériaux à très faibles pertes, les propriétés diélectriques de la plupart des matériaux varient considérablement avec la fréquence des champs électriques appliqués. Le phénomène important contribuant à la dépendance en fréquence des propriétés diélectriques est la polarisation résultant de l'orientation, imposé par le champ électrique externe, des molécules qui possèdent des moments dipolaires permanents.

La formulation mathématique développée par Debye (1929) pour décrire ce processus pour les matériaux polaires purs peut être exprimée comme [6]:

$$\varepsilon_r' = \varepsilon_{\infty} + \frac{\varepsilon_S - \varepsilon_{\infty}}{1 + \omega \tau^2} \tag{I-24}$$

$$\varepsilon_r^{"} = (\varepsilon_S - \varepsilon_\infty) \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2}$$
(I-25)

Où  $\tau$  caractérise la constante de temps du phénomène de relaxation considéré,  $\epsilon_{s}$  permittivité électrique statique (f = 0),  $\epsilon_{\infty}$  permittivité électrique à fréquence infini et  $\omega$  pulsation ( $\omega = 2\pi f$ ).

Les relations définies par ces équations sont illustrés dans la figure I-12.

Ainsi, à des fréquences très basses (champ statique  $\omega \rightarrow 0$ ) et très élevées (fréquences optiques), la constante diélectrique ( $\varepsilon_r'$ ) a des valeurs constantes,  $\varepsilon_s$  et  $\varepsilon_{\infty}$  respectivement, et les pertes sont très faibles. Aux fréquences intermédiaires, la constante diélectrique est soumis à une dispersion, et des pertes diélectriques  $\varepsilon_r'$  se produisent avec un pic à la fréquence de relaxation,  $\omega = 1/\tau$ .



Figure I-12. Les courbes de la dispersion et de l'absorption représentant le modèle de Debye pour une substance polaire avec un seul temps de relaxation.

L'équation de Debye peut représenter graphiquement la variation du coefficient de pertes  $\varepsilon_{r}^{"}$  en fonction de la permittivité relative  $\varepsilon_{r}^{'}$  comme un demi-cercle centré sur l'axe des  $\varepsilon_{r}^{'}$  avec un ensemble de points allant de  $\varepsilon_{r}^{'} = \varepsilon_{s}$  (à la limite basse fréquence) et  $\varepsilon_{r}^{"} = 0$  à  $\varepsilon_{r}^{'} = \varepsilon_{\infty}$  et  $\varepsilon_{r}^{"} = 0$  (Figure I-13). Une telle représentation est connue comme « diagramme de Cole-Cole ».



Figure I-13. Diagramme de Cole et Cole dans le cas d'un mécanisme de relaxation unique.

#### **B** - Influence de la température

Les propriétés diélectriques des matériaux sont fonction de la température [7]. Lorsque la température augmente, le temps de relaxation diminue, et le pic du facteur de perte illustré dans la Figure I-14 se déplace vers les hautes fréquences.

La variation des propriétés diélectriques en fonction de la température est définie selon la loi de Debye [8] :

$$\varepsilon'(T) = \varepsilon' + \frac{\varepsilon'(0) - \varepsilon'(\infty)}{2} \left[1 - \tanh\left(\frac{U}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_m}\right)\right)\right]$$
(I-26)



[9].

Par ailleurs, non seulement les propriétés diélectriques sont affectées par la température, mais aussi de nombreux paramètres varient avec celle-ci telle que la conductivité électrique  $\sigma$ , le taux d'humidité, etc.

*Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par* cavité résonante microonde

(I-27)

#### C - L'influence de l'humidité

La polarisation du matériau diélectrique augmente par l'absorption d'eau, ce qui affecte forcement la permittivité et le facteur de dissipation [10].

## I.5.3. Matériaux magnétique

Nous pouvons distinguer les matériaux diamagnétiques (cuivre, eau...), paramagnétiques (air, aluminium,...) et ferromagnétiques (fer, cobalt...). Ils sont habituellement constitués d'atomes, molécules, ou ions qui possèdent un moment magnétique permanent. Généralement les matériaux utilisés dans le domaine des hyperfréquences sont les ferrimagnétiques, ou plus particulièrement les ferrites (oxydes ferrimagnétiques).

Nous définissons la perméabilité magnétique µ d'un matériau comme le rapport entre l'induction magnétique B et le champ magnétique H existants dans le matériau :

$$\mu = \mu_0 \ \mu_r \tag{I-28}$$

Avec  $\mu_0$  perméabilité du vide ( $\mu_0 = 4\pi . 10^{-7}$  H. m<sup>-1</sup>),

 $\mu$  <sub>r</sub> perméabilité relative (sans dimension).

Le vecteur d'induction magnétique  $\vec{B}$  est reliée au vecteur de champ magnétique  $\vec{H}$  par :

$$\vec{B} = \mu_0 \mu_r \vec{H} \tag{I-29}$$

La perméabilité magnétique peut être présentée soit en fonction de la fréquence pour un champ interne donné, soit en fonction du champ interne pour une fréquence donnée.

La figure I-15 représente les variations de la perméabilité effective en fonction de la norme du champ appliqué H. Généralement, un ferrite polarisé a une perméabilité tensorielle qui peut être représentée par un tenseur antisymétrique.

$$\bar{\bar{\mu}} = \begin{bmatrix} \mu & jk & 0\\ -jk & \mu & 0\\ 0 & 0 & \mu_Z \end{bmatrix}$$

Nous intéresserons plus particulièrement, à la perméabilité effective, définie dans notre configuration de mesure par :  $\mu_{eff} = \frac{\mu^2 - k^2}{\mu}$ 



Figure I-15. Les variations de  $\mu_{eff}$ ' et  $\mu_{eff}$ ' en fonction du champ H (A/m).

De ces courbes, il ressort que :

 $\mu_{eff}$ " présente un maximum en H = H<sub>r</sub> appelé gyrorésonance ; la largeur du pic à mihauteur est appelée largeur de raie de gyrorésonance  $\Delta$ H.  $\Delta$ H dépend de la nature de la ferrite; plus  $\Delta$ H est faible, plus la ferrite aura de faibles pertes.

 $\mu_{eff}$  passe par un minimum et un maximum de part et d'autre de la gyrorésonance.

Les principes de base de l'électromagnétisme et les propriétés diélectriques et magnétiques des matériaux peuvent être trouvés dans les références suivantes [11] et [12].

# I.6. Matériaux multicouches

Un matériau multicouche est un empilement constitué de N couches disposées les unes sur les autres afin d'avoir un nouveau matériau présentant des propriétés uniques. Le choix précis des propriétés et de l'épaisseur des couches permet de synthétiser des milieux que nous ne pourrions pas obtenir avec l'une des couches seules.

Ces matériaux ont une importance particulière dans les domaines liés aux radiocommunications et notamment dans les circuits imprimés (ou PCB de l'anglais Printed Circuit Board), les multicouches LTCC (Low Temperature Cofired Ceramics) [13] et les surfaces sélectives en fréquence [14]. La figure I-16 donne un exemple d'un substrat multicouche.



Figure I-16. Exemple d'un substrat de N couches.

## I.6.1. Propriétés EM des matériaux multicouches

Les propriétés électromagnétiques ( $\varepsilon$ ,  $\mu$ ) d'un milieu composite ou hétérogène sont généralement liées aux propriétés et aux fractions volumiques de ses constituants [3]. La mise en relation de ces propriétés avec celles des différents constituants est dépendante du degré de complexité de la structure du composite. Toutefois, lorsque la taille des hétérogénéités est petite par rapport à la longueur d'onde du rayonnement électromagnétique, les propriétés électromagnétiques peuvent représenter par des grandeurs dites effectives. Dans certain cas, ces grandeurs sont déterminées selon les lois de mélanges. Dans d'autres cas où la structure des matériaux est désordonnée, la solution devient de plus en plus compliquée. Une discussion détaillée sur la théorie de milieu effectif peut être trouvée dans [3] et [15].

Pour une structure multicouche constituée des matériaux homogènes, l'accès aux propriétés électromagnétiques effectives (ou moyennes) est moins compliqué. Elles dépendent essentiellement des propriétés des couches constituantes et de leur épaisseurs respectives (ou de leur volumes). Par contre, nous verrons dans le chapitre 3 qu'il est préférable dans les milieux multicouches d'utiliser l'appellation «propriétés moyennes» à la place de «propriétés effectives» dans notre configuration de mesure. La figure I-17 donne un exemple sur la variation de la permittivité en fonction de l'épaisseur de différentes couches.

Notons que nous nous intéressons plus spécialement dans ce travail de thèse sur les milieux bicouches. La mise en relation entre les propriétés diélectriques (ou magnétiques) et les épaisseurs de différentes couches fait l'objet principal de notre travail.



Figure I-17. Variation de la permittivité effective d'un empilement Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> en fonction de l'épaisseur de SiO<sub>2</sub>, pour différentes épaisseur de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>[16].

# I.7. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons introduit les aspects généraux nécessaires avant de procéder à la caractérisation des couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches. Nous avons présenté les propriétés principales des matériaux diélectriques et magnétiques. Nous avons définis aussi les structures multicouches faisant l'objet de cette étude.

Dans le prochain chapitre, un état de l'art sur les méthodes de caractérisation de matériaux sera présenté. Ceci nous permettra de sélectionner les techniques les mieux adaptées pour notre étude.
# Chapitre II : Etat de l'art sur les méthodes de caractérisation de matériaux

## Chapitre II: Etat de l'art sur les méthodes de caractérisation de

#### matériaux

II.1. Introduction	
II.2. Méthodes de caractérisations	
II.2.1. Méthode en capacité parallèle	40
II.2.2. Méthodes guidées	41
II.2.3. Méthode de mesure en sonde coaxiale	44
II.2.4. Méthode en espace libre	45
II.2.5. Méthode en cavité résonante	46
II.3. Etude comparative des différentes méthodes	48

# **II.1. Introduction**

Le suivi des méthodes de caractérisation électromagnétique en haute fréquence décrites dans la littérature, révèle une grande variété des techniques de mesure [4]. On distingue les techniques en capacité parallèle, les techniques en transmission-réflexion, en propagation guidée et en espace libre.

Parmi celles-ci, aucune technique ne peut caractériser tous les matériaux sur une bande de fréquence entière. Il y a toujours de l'incertitude dans les mesures [17] et chacune d'elles a ses avantages et ses limitations dépendant de la bande de fréquence, des matériels et techniques de mesure, des applications etc...

Dans n'importe quelle application désirée, le choix de la méthode repose essentiellement sur cet ensemble des critères [18] :

- La bande de fréquence considérée
- La complexité de l'analyse électromagnétique
- La précision de mesure recherchée
- La facilité de mise en œuvre expérimentale de la structure de mesure, en particulier :
  - La facilité d'usinage d'échantillon (formes, dimensions) et le coût du montage technique de l'applicateur
  - 2- La nature des matériaux à tester (l'ordre de  $\varepsilon'_r$  et  $\varepsilon''_r$ , homogénéité, liquide, solide...)

Chacun de ces facteurs est d'une importance capitale dans le domaine des mesures diélectriques. Par exemple, il existe des différences importantes entre la propagation dans les matériaux avec pertes et les matériaux sans pertes. En conséquence, la méthode de mesure la plus appropriée pour une situation donnée peut varier en fonction du matériau à caractériser.

La mesure des propriétés électromagnétiques implique des mesures de leur permittivité relative complexe ( $\varepsilon_r$ ) et perméabilité relative complexe ( $\mu_r$ ).

Généralement, afin de caractériser en micro-onde un matériau donné, un échantillon est placé sur le trajet d'une onde électromagnétique, soit dans un espace libre ou dans l'une des structures de propagation guidée. Les coefficients de réflexion et de transmission au niveau du système expérimental sont directement liés aux propriétés électromagnétiques du matériau, ils sont mesurés à l'aide d'un analyseur vectoriel de réseau. Ensuite, la permittivité et la perméabilité de l'échantillon sont déterminées à partir de ces coefficients. On peut également mettre l'échantillon au sein du champ électrique ou magnétique d'une onde stationnaire pour déduire ses caractéristiques électromagnétiques.

## II.2. Méthodes de caractérisations

Les méthodes de mesure des matériaux, bien que nombreuses, sont généralement divisées en deux grandes groupes : large bande (lignes de transmission,) et bande étroite (cavité résonante, guide d'onde, espace libre).

Les méthodes qui utilisent une cavité résonante peuvent caractériser le matériau à une fréquence unique ou à certaines valeurs discrètes de fréquences. Elles sont divisées en deux groupes:

- La première est la technique de résonance diélectrique dans laquelle le matériau diélectrique lui-même agit comme un élément résonant, mais elle se limite seulement aux échantillons à faible perte.
- La seconde est la technique de perturbation, la présence d'un petit échantillon dans une cavité résonante provoque une perturbation de champ dans cette dernière et ainsi un décalage de fréquences de résonance [19]. Cette technique est adaptée pour les échantillons à faibles pertes et à pertes moyennes.

Les méthodes en transmission réflexion permettent une mesure sur une large plage de fréquences. La classification des matériaux se fait en déterminant les coefficients de réflexion et de transmission résultant des changements d'impédance caractéristiques et de la vitesse d'onde [20].

Dans la suite de ce paragraphe, nous présentons l'état de l'art des méthodes les plus populaires et les plus importantes pour les caractérisations des matériaux en haute fréquence. Ceci nous permettra, par approche critique des techniques existantes, de se faire une idée globale et ainsi de choisir la méthode de mesure la plus appropriée. Les avantages, les inconvénients et les limites de chacune de ces méthodes seront rappelées.

## II.2.1. Méthode en capacité parallèle

La méthode capacitive à plaque parallèle est la plus couramment utilisée pour la caractérisation des matériaux à basse fréquence, typiquement inférieure à 100 MHz [21]. L'échantillon à caractériser généralement a la forme circulaire ou rectangulaire et est placée entre deux plaques qui constituent la cellule de mesure (Figure II-1).



Figure II-1. Schéma du système de mesure en capacité parallèle et le modèle équivalent à la cellule de mesure.

La figure II-1 montre le modèle utilisé pour relier la partie réelle de permittivité ( $\varepsilon'_r$ ) et la tangente de perte (tan( $\delta$ )) du matériau à tester. La capacité C<sub>p</sub> est due à la présence de champ électrique induit dans l'espace entre les deux électrodes, alors que la conductance G est due aux pertes du matériau. Ces deux paramètres peuvent être mesurés en utilisant un RLC mètre.

Pour l'extraction des propriétés diélectriques, on a:

$$\varepsilon_r' = \frac{D * C_p}{S * \varepsilon_0} \tag{II-1}$$

$$\varepsilon_r^{"} = \frac{D}{\omega R_p A \varepsilon_0} \tag{II-2}$$

Avec

$$C_p = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{s}{D} \tag{II-3}$$

Où S et D sont respectivement la section transversale et la distance entre les deux armatures parallèles du condensateur contenant l'échantillon et  $C_0$  est la capacité à vide.

Le problème principal rencontré lors de l'utilisation des techniques capacitives est la présence de l'espace d'air, ce qui peut influencer de manière significative la valeur de la capacité mesurée. Les espaces d'air à l'interface électrode-matériau ou entre les couches de matériau introduisent des erreurs importantes de la capacité mesurée [22].

Une attention particulière doit également être accordée à la diffusion qui se produit parfois quand un matériau est mis en contact avec le métal [23].

#### II.2.2. Méthodes guidées

Les méthodes guidées appartiennent à un grand groupe de méthodes non-résonantes pour mesurer la permittivité diélectrique complexe de différents matériaux dans le domaine microondes.

Il existe dans la littérature un nombre important de structures propagatrices permettant la transmission des ondes électromagnétiques [24]. En général, ces structures peuvent être utilisées pour la caractérisation des matériaux. On distingue la cellule de mesure en guide d'onde rectangulaire et la cellule en ligne de transmission coaxiale (Figures II-2 et II-3).

Le principe général de ces techniques est basé sur la mesure des paramètres S équivalents aux coefficients de réflexion et de transmission au niveau de la cellule de mesure en présence du matériau à tester. La mesure du signal réfléchi (S11) et de signal transmis (S21), permet théoriquement de remonter à la permittivité complexe du matériau à caractériser [25].

Avec les techniques guidées, l'échantillon est préparé avec une forme et des dimensions adaptées à la cellule de mesure et est inséré à l'intérieur de la structure de propagation.

Les avantages des méthodes guidées sont :

Les lignes coaxiales et guides d'ondes sont couramment utilisés pour mesurer les échantillons à grande perte et à perte moyenne.

Elles peuvent être utilisées pour déterminer à la fois la permittivité et la perméabilité du matériau testé. C'est une technique large bande si la cellule est une ligne de transmission et elle est bande étroite si l'on utilise un guide d'onde.

Les inconvénients des méthodes guidées sont :

- La précision des mesures est limitée par les effets d'espace d'air.
- La préparation des échantillons est relativement difficile [26].

#### II.2.2.1. Guide d'onde rectangulaire

La technique de mesure en guide d'onde rectangulaire est la méthode la plus utilisée dans les techniques de mesures à bande étroite [27].

La mesure s'effectue en plaçant l'échantillon à caractériser dans une section de guide d'onde. Ensuite, à partir des valeurs des paramètres de diffraction complexes (transmission/réflexion) mesurées par un analyseur de réseau vectoriel on calcul les propriétés électromagnétiques ( $\varepsilon_r$ ,  $\mu_r$ ) (Figure II-2)



Figure II-2. a) Schéma d'un banc d'essai, b) Un échantillon diélectrique dans une ligne de transmission et les distributions de champ électrique incident (inc) et réfléchis (refl) dans les régions I, II et III. Port 1 et port 2 indiquent les positions du plan de calibration [28].

La propagation dans le guide n'est possible que pour une fréquence supérieure à la fréquence de coupure  $(f_c)$  dont l'expression est donnée dans la relation suivante en fonction de la largeur a et de la hauteur b de la section du guide d'onde rectangulaire :

$$f_{mn} = \frac{v}{2} \sqrt{(\frac{m}{a})^2 + (\frac{m}{b})^2}$$
(II-4)

Où m, n et p sont des entiers relatifs au mode considéré et v est la vitesse de l'onde dans le milieu diélectrique remplissant le guide d'onde.

En utilisant les méthodes traditionnelles des guides d'ondes rectangulaires, seul le mode dominant  $TE_{10}$  est supposé se propager. C'est pourquoi ses dimensions doivent alors être adaptées au fonctionnement monomode de la structure de propagation.

#### II.2.2.2. Câble coaxial

Dans cette méthode, le matériau est inséré à l'intérieur de la ligne coaxiale, la caractérisation simultanée de la permittivité et de la perméabilité complexe s'effectue sur la bande de fréquence où se propage le mode fondamental TEM (Figure II-3).



Figure II-3. Schéma de mesure en câble coaxiale.

Pour le mode TEM, la perméabilité relative complexe et la permittivité peuvent être trouvées comme [29]:

$$\epsilon_{\rm r} = \frac{Z_0 \,\gamma\lambda}{jZ_s 2\pi} \tag{II-5}$$

$$\mu_{\rm r} = \frac{Z_{\rm s} \,\gamma\lambda}{jZ_0 2\pi} \tag{II-6}$$

Où  $Z_s$  est l'impédance caractéristique de l'échantillon,  $Z_0$  est l'impédance caractéristique de l'air pour les mêmes dimensions,  $\lambda$  est la longueur d'onde d'espace libre, et  $\gamma$  est la constante de propagation qui se détermine en fonction des paramètres S comme suit :

$$\gamma l = \cosh^{-1}(\frac{1 - S_{11}^2 + S_{21}^2}{2S_{21}}) \tag{II-7}$$

Où 1 est l'épaisseur de l'échantillon.

### II.2.3. Méthode de mesure en sonde coaxiale

C'est l'une des techniques les plus commodes et fréquemment utilisée pour mesurer les matériaux à pertes surtout les matériaux liquides et les tissus biologiques en micro-onde [28] et en haute fréquence [30].

Elle est constituée d'une ligne coaxiale équipée d'une sonde plaquée contre le matériau sous test (Figure II-4). Les grandeurs recherchées  $\varepsilon'_r et \varepsilon''_r$  sont directement liées au coefficient de réflexion  $\Gamma$  mesuré à l'entrée de la sonde [31].



Figure II-4. Sonde coaxiale et de son circuit électrique équivalent.

La ligne coaxiale est utilisée en mode TEM. Les champs à l'extrémité ouverte de la sonde coaxiale dans l'échantillon créent un effet analogue à l'effet de bord d'un condensateur à plaques parallèles. Comme le champ électrique a des composantes dans les directions  $\rho$  et z, l'espace d'air entre la sonde et l'échantillon devient extrêmement influent dans la mesure de la permittivité. Il est souhaitable de diminuer autant que possible l'espace d'air entre la sonde et l'échantillon sous test pour avoir une bonne précision de mesure. Pour cette raison, la

méthode est généralement préférée pour la mesure des matériaux liquides et semi-solides, plutôt que pour des matériaux solides.

Les avantages de la méthode de mesure en sonde coaxiale sont:

- Ne nécessite aucun usinage de l'échantillon, préparation de l'échantillon facile.
- Après l'étalonnage, les propriétés diélectriques d'un grand nombre d'échantillons peuvent être systématiquement mesurées en un court laps de temps.
- La mesure peut être effectuée dans un environnement à température contrôlée.

Les inconvénients de la méthode de mesure en sonde coaxiale sont :

- Nécessité des étalonnages répétitifs.
- La mesure est extrêmement affectée par les espaces d'air.

### II.2.4. Méthode en espace libre

La technique de l'espace libre est relativement ancienne. Plusieurs travaux ont été menés détaillant la méthode [32]. Elle est basée sur la mesure des coefficients de réflexion et de transmission ( $S_{11}$  et  $S_{21}$ ) à l'aide d'un analyseur de réseau vectoriel dont on déduit les permittivités et les perméabilités complexes [33]. Le modèle simple utilisé consiste en une lame plane à faces parallèles éclairée par une onde plane et placé entre une antenne d'émission et une antenne de réception (Figure II-5).

D'autre part, les mesures en réflexion sont également possibles en espace libre [34].

46 Chapitre III Etude et simulation de la technique de la cavité résonante ; proposition d'une nouvelle approche pour la caractérisation des couches minces



Figure II-5. Schéma de mesure en espace libre.

Pour la méthode en espace libre, la mesure des coefficients de réflexion et de transmission est réalisée sans contact physique avec l'échantillon, ce qui est préférable pour les matériaux minces et plats. On peut réaliser des mesures large bande de 50 MHz à30 GHz en changeant les antennes [35]. En pratique, les imprécisions des mesures sont principalement dues aux effets de diffraction sur les bords de l'échantillon et aux réflexions multiples entre les deux cornets via la surface de l'échantillon [2] et [36].

Les avantages de la méthode en espace libre sont:

- Peut être utilisé pour la mesure à haute fréquence.
- Les propriétés magnétiques et diélectriques à la fois peuvent être évaluées.

Les inconvénients de la méthode de l'espace libre sont :

- Le matériau sous test doit être large et plat.
- Le réflexions multiples entre l'antenne et la surface de l'échantillon.
- Les effets de diffraction au bord de l'échantillon.

## II.2.5. Méthode en cavité résonante

La méthode en cavité résonante est largement utilisée dans la mesure des propriétés électromagnétiques ( $\epsilon_r \mu_r$ ). Elle est très pratique pour les mesures diélectriques et des tangentes de perte sur une large plage de valeurs [37].

Les cavités peuvent avoir une forme géométrique quelconque. Les formes les plus classiques et les plus répandues sont les cavités métalliques rectangulaires ou cylindriques.



Figure II-6. Schéma de mesure en cavité. Les dimension sont déterminées selon la fréquence d'opération.

Le principe de mesure est basé sur le décalage de la fréquence de résonance et le facteur de qualité (rapport de l'énergie emmagasinée sur l'énergie dissipée) de la cavité, provoqué à l'insertion d'un matériau à l'intérieur de celle-ci (Figure II-6).

L'analyse des résonances (fréquence et coefficient de qualité) à partir des coefficients de réflexion  $S_{11}$  ou de transmission  $S_{21}$ , permet dans l'approximation de faible perturbations, de déterminer la permittivité complexe ( $\varepsilon_r$ ) et la perméabilité ( $\mu_r$ ) de l'échantillon (voir la méthode des perturbations) [38].

Les cavités résonantes sont les méthodes de caractérisations le plus sensibles et précises pour déterminer les pertes d'un matériau. Elles sont particulièrement bien adaptées à la caractérisation des matériaux à faibles pertes.

Les avantages de la méthode en cavité résonante sont :

- La capacité d'effectuer des mesures sur des échantillons de faibles dimensions.
- L'utilisation d'expression approchée pour les champs dans l'échantillon et de la cavité.

Les inconvénients de la méthode en cavité résonante sont :

- Le besoin d'un analyseur de fréquences à haute résolution.
- La bande de mesure est très étroite.
- Mal adaptée si les pertes sont importantes

Le principal inconvénient de la mesure en cavité est d'être une méthode à bande étroite. La mesure est possible uniquement aux fréquences de résonance de la cavité.

Notons qu'une analyse détaillée du principe de mesure en cavité résonante fonctionnant en réflexion sera présentée au début du prochain chapitre.

# **II.3. Etude comparative des différentes méthodes**

Dans le tableau II-1, nous résumons les différentes méthodes utilisées pour la caractérisation des matériaux et abordées dans ce chapitre.

Technique de	Paramètres	Avantages	Inconvénients
mesure	mesures		
1. Capacité parallèle	ε <sub>r</sub>	<ul> <li>adaptée aux échantillons de surface fines et plates</li> <li>haute précision</li> <li>convient pour les matériaux</li> <li>à fortes pertes</li> <li>Les mesures sont relativement faciles</li> </ul>	<ul> <li>limité à la bande basses fréquences</li> <li>les espaces d'air sont de grandes sources d'erreurs</li> </ul>
2. Guide d'onde	ε <sub>r</sub> et μ <sub>r</sub>	<ul> <li>haute fréquence</li> <li>convient aux mesures des échantillons solides et liquides</li> </ul>	•la préparation des échantillons est relativement difficile

3. Sonde coaxiale	ε <sub>r</sub>	<ul> <li>mesure en large bande de fréquences</li> <li>meilleur pour les liquides ou les semi-solides</li> <li>préparation des échantillons</li> <li>matériau isotrope et homogène</li> <li>haute précision pour les matériaux à forte pertes</li> </ul>	<ul> <li>étalonnages répétitifs</li> <li>les espaces d'air représentent grandes sources d'erreurs</li> </ul>
4. Cavité résonante	ε <sub>r</sub> et μ <sub>r</sub>	<ul> <li>idéale pour les matériaux à faibles pertes</li> <li>adaptée aux matériaux solides et liquides</li> <li>méthode la plus précise</li> <li>aucune procédure d'étalonnage répétitif</li> <li>possibilité de mesure à haute température</li> </ul>	<ul> <li>mesure à fréquence unique (fréquence de résonance)</li> <li>convient aux échantillons de petite dimension</li> </ul>

5. Espace libre	$\epsilon_r et \mu_r$	<ul> <li>mesure large bande</li> <li>sans contact</li> <li>préparation facile des échantillons</li> <li>précision moyenne pour grande et faible pertes</li> <li>idéal pour les échantillons grands et solides</li> <li>utile à haute température</li> </ul>	<ul> <li>problème de diffraction aux bords de l'échantillon</li> <li>limité par la taille de l'échantillon</li> </ul>
--------------------	-----------------------	---	---

#### Tableau II-1. Une comparaison générale des techniques de mesures abordées dans ce chapitre.

Comme nous avons vu dans le présent chapitre, le choix de la technique de mesure diélectrique dépend essentiellement de plusieurs facteurs. Pratiquement, c'est un compromis entre la précision recherchée sur les différents paramètres diélectriques du matériau ( $\varepsilon_r$  ou tan  $\delta$ ), la largeur de la bande de fréquences, la facilité de préparation des échantillons et aussi la capacité de fonctionnement à haute température.

# Chapitre III : Etude et simulation de la technique de la cavité résonante ; proposition d'une nouvelle approche pour la caractérisation des couches minces

## Chapitre III: Etude et simulation de la technique de la cavité résonante ; proposition d'une nouvelle approche pour la caractérisation des couches minces

III.1. Introduction	54
III.2. Rappels sur les cavités	55
III.2.1. Généralités	55
III.2.2. Paramètres de la cavité	56
III.2.3. Représentation schématique de la cavité	59
III.2.4. Couplage avec l'extérieur	61
III.2.5. Adaptation cavité - guide d'onde	63
III.2.6. Choix de la forme de la cavité	64
III.2.7. Choix du mode de travail	64
III.3. Méthode des perturbations en cavité résonante	64
III.3.1. Principe de la méthode	65
III.3.2. Calcul du coefficient de remplissage N	68
III.4. Matériau effectif à deux couches diélectriques	70
III.5. Permittivité moyenne du milieu bicouche	73
III.6. Outil de simulation	75
III.6.1. Procédure et conditions de simulation	76
III.7. Simulation de la cavité résonante	77
III.7.1. Conception de la cavité	77
III.7.2. Vérification du mode choisi	79
III.7.3. Caractérisation diélectrique de matériaux	79
III.8. Limites de validation de la méthode des perturbations	80
III.8.1. Modélisation des champs pour un échantillon d'alumine	83

III.9. Caractérisation des matériaux bicouches	83
III.9.1. Préparation de l'échantillon	83
III.9.2. Validation de la méthode présentée	84
III.10. Conclusion	88

# **III.1. Introduction**

Dans le chapitre précédent, nous avons décrit l'état de l'art des différentes techniques de caractérisation des matériaux. Nous nous intéresserons plus particulièrement à la technique de mesure en cavité résonante.

Dans la première partie de ce chapitre, nous faisons un rappel sur la cavité résonante en particulier sur les aspects liés aux paramètres de résonance de la cavité, le couplage avec l'extérieur, l'adaptation source-cavité et le choix de la forme et le mode du travail de la cavité. Dans le même contexte, nous rappellerons le principe de la méthode des perturbations appliquée à la cavité résonante. Nous donnerons les équations donnant les propriétés diélectriques et magnétiques ( $\epsilon$ ',  $\epsilon$ " et  $\mu$ ',  $\mu$ ") en fonction des paramètres de résonance de la cavité. L'étude des limites de la méthode sera effectuée par simulation.

Dans une deuxième partie, nous allons définir un milieu effectif comme l'association de deux couches diélectriques. Nous donnerons le calcul des paramètres S en fonction de propriétés électriques effectives du matériau équivalent. Dans le cas d'un empilement multicouche nous ne pouvons pas définir en toute rigueur un milieu effectif; il est préférable de le considérer plutôt comme milieu ayant une permittivité moyenne dans notre configuration de mesure par cavité.

Dans une troisième partie, nous appliquerons la méthode des perturbations sur les structures bicouches. Nous obtiendrons une relation simple reliant la permittivité globale du milieu bicouche avec les propriétés diélectriques et les épaisseurs de couches constituantes. De plus, cette approche nous permettra de déduire la permittivité relative complexe ( $\epsilon_r$ ) d'une couche inconnue déposée sur substrat connaissant leurs épaisseurs respectives et les propriétés diélectriques du substrat.

Dans la dernière partie, nous allons simuler à l'aide de l'outil de simulation HFSS la cavité résonante et vérifier son fonctionnement en testant des matériaux diélectriques de caractéristiques bien connues. Ensuite, la validation de la méthode se fera par comparaison avec la méthode des perturbations appliquée sur différents matériaux bicouches. Finalement, nous présenterons un exemple montrant son application pour caractériser une couche de YIG déposée sur un substrat d'alumine.

# III.2. Rappels sur les cavités

## III.2.1. Généralités

Par définition, une cavité résonante est une enceinte complètement fermée par des parois conductrices. Une telle cavité est susceptible de résonner pour une infinité de fréquences propres, correspondant chacune à une configuration du champ électromagnétique à l'intérieur de la cavité appelée mode de résonance. Chaque mode est solution des équations de Maxwell compte tenu des conditions aux limites de la cavité [39].

Aux hyperfréquences, les cavités jouent le rôle de circuit oscillant et peuvent être employées comme filtres, fréquencemètres et four microonde mais aussi comme un moyen de mesure des caractéristiques électromagnétiques de matériaux.

Une cavité résonante peut avoir plusieurs formes géométriques. La complexité de l'analyse électromagnétique dépend de la forme de celle-ci. Par conséquent, les cavités rectangulaire et circulaire (Figure III-1), en raison de leur forme géométrique simple, sont largement adoptées dans les caractérisations électromagnétiques [19].

Dans sa forme la plus simple, la cavité résonante peut être réalisée sur la base d'une section de guide d'onde court-circuité aux deux extrémités par des parois métalliques perpendiculaire à son axe à condition que sa longueur (d) corresponde à la relation suivante [39] :

$$d = p \lambda_g / 2 \tag{III-1}$$

Pour un mode donné avec p entier p = (1, 2, ...).



Figure III-1. a) cavité de section rectangulaire, b) cavité de section circulaire.

### III.2.2. Paramètres de la cavité

Une cavité résonante se caractérise par deux paramètres principaux dits paramètres de résonance. Ces paramètres sont : la fréquence  $(f_r)$  ou le mode de résonance et le facteur de qualité (Q). Dans la suite, nous détaillerons ces éléments.

#### III.2.2.1. La fréquence et les modes de résonance

La configuration des champs et des fréquences de résonance peut être effectuée analytiquement en appliquant les conditions aux limites à l'équation de propagation de l'onde dans la cavité. Pour une cavité vide elle s'écrit [40] :

$$\Delta\left(\overrightarrow{U}\right) - \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2\left(\overrightarrow{U}\right)}{\partial t^2} = \overrightarrow{0}$$
(III-2)

Avec  $c^2 = \frac{1}{\mathcal{E}_0 \mu_0}$  et  $\vec{U}$  est le vecteur de champ  $\vec{H}$  ou  $\vec{E}$ 

La résolution de l'équation (III-2) conduit à l'existence de deux séries de modes:

- Les modes transverses magnétiques notés TM<sub>mnp</sub>
- Les modes transverses électriques notés TE<sub>mnp</sub>

m, n, p des nombres entiers représentent les indices du mode.

Dans le cas d'une cavité rectangulaire, dans un système de coordonnées cartésiennes (O, X, Y, Z), les fréquences de résonance sont identiques pour les deux modes TM et TE et sont données par la relation suivante:

$$f_{mnp} = \frac{v}{2} \sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2 + \left(\frac{p}{d}\right)^2}$$
(III-3)

Avec v la vitesse de l'onde dans le milieu diélectrique remplissant la cavité,

a, b et d sont les dimensions de la cavité.

La plus basse fréquence possible est dite fréquence fondamentale. Elle s'obtient en choisissant les plus basses valeurs des indices du mode (m,n et p).

Pour les cavités circulaires, les fréquences de résonance s'obtiennent de :

Pour les modes TE<sub>mnp</sub>: 
$$f_{mnp} = \frac{v}{2\pi} \sqrt{\left(\frac{x_{mn}}{R}\right)^2 + \left(\frac{p\pi}{L}\right)^2}$$
 (III-4)

Pour les modes TM<sub>mnp</sub>:  $f_{mnp} = \frac{v}{2\pi} \sqrt{\left(\frac{x_{mn}}{R}\right)^2 + \left(\frac{p\pi}{L}\right)^2}$  (III-5)

Avec R est le rayon de la cavité et L la longueur de la cavité.

 $x'_{mn}$  est la n<sup>ième</sup> racine de la dérivée de la fonction de Bessel d'ordre m.

 $x_{mn}$  est la n<sup>ième</sup> racine de la dérivée de la fonction de Bessel d'ordre m.

Les valeurs des  $x'_{mn}$  et  $x_{mn}$  pour chaque mode  $TE_{mnp}$  et  $TM_{mnp}$  sont donnés dans le tableau III-1 suivant:

Modes	TE <sub>011</sub>	TE <sub>111</sub>	TE <sub>112</sub>	TE <sub>211</sub>
$x'_{mn}$	3,8317	1,8412	1,8412	3,0542
Modes	TM <sub>010</sub>	TM <sub>012</sub>	TM <sub>011</sub>	TM <sub>110</sub>

$\chi_{mn}$	2,4048	2,4048	2,4048	3,8317

Tableau III-1. Les valeurs des x'mn et xmn des modes TEmp et TMmp.

#### III.2.2.2. Facteur de qualité

Le facteur de qualité est un paramètre essentiel pour évaluer la qualité de la cavité résonante [41]. La définition générale qui est applicable à tous les types des résonateurs est donnée par la relation suivante:

$$Q = 2\pi \frac{\text{Energie emmagasinée par période}}{\text{Energie dissipée par période}}$$
(III-6)

Dans un résonateur, plusieurs types de pertes peuvent se produire. On définit par  $(Q_p)$  le facteur de qualité propre de la cavité qui traduit les pertes ohmiques dans les parois métalliques ainsi que les pertes diélectriques dues à la présence des matériaux diélectriques dans la cavité. Ils sont liés par la relation suivante :

$$\frac{1}{Q_p} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_d}$$
(III-7)

Avec Q0 est le facteur de qualité qui correspond aux pertes ohmiques et

Q<sub>d</sub> est le facteur de qualité qui correspond aux pertes des matériaux diélectriques.

Ainsi, les pertes dans la cavité sont d'autant plus faibles que le facteur Q<sub>p</sub> est élevé.

En pratique, la cavité résonante doit être couplée à un circuit externe, ce couplage est aussi défini par un facteur de qualité ( $Q_{ext}$ ) (Figure III-2). Le circuit externe a pour effet de baisser le facteur de qualité de l'ensemble du système. On définit donc le facteur de qualité en charge  $Q_c$  représentant des pertes totales qui est donnée par les équations suivantes :

$$\frac{1}{Q_c} = \frac{1}{Q_p} + \frac{1}{Q_{ext}}$$
(III-8)

$$Q_c = \frac{f_0}{\Delta f} = \frac{f_0}{|f_2 - f_1|}$$
 (III-9)

Où f<sub>1</sub> et f<sub>2</sub> sont les fréquences de part et d'autre de f<sub>0</sub> pour lesquelles la puissance du signal est inférieure à 3dB.



Figure III-2 Le circuit résonant couplé par un circuit externe

On définit aussi le coefficient de couplage ( $\beta$ ) comme le rapport entre le facteur de qualité propre et externe:

$$\beta = \frac{Q_p}{Q_{ext}} \tag{III-10}$$

ou encore

$$\beta = \frac{1+\rho}{1-\rho} \tag{III-11}$$

avec p est le module du coefficient de réflexion de la cavité

Par combinaison avec l'équation (III-8), on aura la relation entre  $Q_p$  et  $Q_c$ :

$$Q_p = Q_c (1 + \beta) \tag{III-12}$$

#### III.2.3. Représentation schématique de la cavité

Autour de la fréquence de résonance, la cavité peut approximativement être représentée par un circuit (RLC) en parallèle ou en série. Le condensateur emmagasine l'énergie électrique et l'inductance l'énergie magnétique, alors que la résistance représente les pertes dans la cavité. Au cours de la résonance, un transfert d'énergie se produit entre l'inductance et le condensateur. On se limitera ici à détailler le circuit (RLC) en parallèle.

Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

Le circuit équivalent de la cavité est représenté dans la Figure III-3. Cette représentation offre un grand intérêt pour déterminer les paramètres de la cavité tels que la fréquence de résonance, le facteur de qualité Q et le coefficient de couplage  $\beta$ .



Figure III-3. Circuit équivalent de la cavité.

L'impédance d'entrée est donnée par :

$$Z_{in} = \frac{P_d + 2j\omega(W_m - W_e)}{\frac{1}{2}|I|^2}$$
(III-13)

Avec P<sub>d</sub> la puissance dissipée dans le résonateur,

W<sub>m</sub> l'énergie magnétique moyenne emmagasinée dans l'inductance (L),

et We l'énergie électrique moyenne emmagasinée dans le condensateur (C).

A la résonance on a,  $W_m = W_e$ . Ainsi, l'impédance d'entrée se réduit à :

$$Z_{in} = \frac{P_d}{\frac{1}{2}|I|^2} = R$$
 (III-14)

Ainsi, Q<sub>p</sub> qui traduit les pertes du circuit résonant s'écrit:

$$Q_p = \omega_0 \frac{W_m + W_e}{P_d} = \frac{\omega_0 L}{R} = \frac{1}{\omega_0 RC}$$
(III-15)

où

$$\omega_0 = 1 / \sqrt{LC} \tag{III-16}$$

Pour tenir compte le couplage du circuit résonant à un circuit extérieur, on ajoute une deuxième résistance (R<sub>ext</sub>) en série dans le circuit (RLC). La résistance (R) dans l'équation (III-14) est donc remplacée par  $R + R_{ext}$ .

Le facteur de coulage Q<sub>c</sub> est donné par :

$$\frac{1}{Q_c} = \frac{1}{Q_p} + \frac{1}{Q_{ext}}$$
(III-17)

et le coefficient de couplage  $\beta$ :

$$\beta = \frac{Q_p}{Q_{ext}} = \frac{R_0}{R}$$
(III-18)

Pour un circuit de résonance RLC en série, les différents degrés de couplage sont :

Sur-couplage	$\beta < 1$
Couplage critique	$\beta = 1$
Sous-couplage	$\beta > 1$

### III.2.4. Couplage avec l'extérieur

Pour qu'une cavité puisse être utilisée dans la pratique elle doit être couplée à une source d'excitation extérieure. Le couplage consiste en premier lieu à exciter de préférence le mode désiré dans la cavité. Une telle excitation peut s'effectuer par deux méthodes : Soit à partir d'une ligne coaxiale ou d'un guide d'onde [42]. S'il s'agit d'une ligne coaxiale le couplage se réalise au moyen d'un câble terminé par une antenne ou une petite boucle. Dans le cas d'un guide d'onde le couplage est réalisé par une ouverture ou iris. L'élément de couplage est d'autant plus efficace qu'il laisse passer l'énergie. Dans ce qui suit, nous présentons le principe de différentes méthodes de couplage.

Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

#### III.2.4.1. Couplage par boucle (couplage magnétique)

Comme son nom l'indique, il utilise le champ magnétique pour coupler l'onde incidente à la cavité. En Figure III-4, le couplage s'effectue par l'introduction d'une petite boucle dans une région des parois de la cavité où le champ magnétique du mode choisi est maximal et le plan de la boucle doit être orienté perpendiculairement aux lignes magnétiques de ce mode.



Figure III-4. Boucle de couplage de la cavité.

## III.2.4.2. Couplage par sonde-antenne (couplage électrique)

Un câble terminé par une petite antenne assure un couplage électrique et est introduit dans une région de champ électrique maximal, mais parallèlement aux lignes de champ électriques du mode correspondant dans la cavité (Figure III-5). La longueur de l'antenne est plus petite que la longueur d'onde, elle est généralement égale à un quart de la longueur d'onde.





Figure III-5. Antenne couplée à la cavité.

### III.2.4.3. Couplage par ouverture (iris)

Cette méthode est largement utilisée dans les coupleurs directionnels et les diviseurs de puissance. L'onde incidente est transférée à travers une petite ouverture (iris) percée à travers

la paroi commune entre le guide et la cavité (Figure III-6). La dimension de celle-ci dépend du coefficient de couplage désiré.



Figure III-6. Couplage par iris.

Pratiquement, l'ouverture peut prendre la forme circulaire ou rectangulaire (Figure III-7). L'iris circulaire en raison de son usinage relativement simple est couramment utilisé, en particulier à haute fréquence, où les dimensions des circuits sont réduites et les boucles très difficiles à réaliser.



Figure III-7. a) Coulage de la cavité par ouverture circulaire, b) Couplage par ouverture rectangulaires.

#### III.2.5. Adaptation cavité - guide d'onde

Lorsque l'impédance d'entrée de la cavité est mal adaptée à celle du guide d'onde, la cavité réfléchit une partie de l'énergie incidente émise par le générateur. La réflexion peut être minimisée en utilisant une tige métallique (stub line) placée à l'intérieur du guide d'onde dans une région de champ électrique maximal (Figure III-8). Le stub modifie localement le champ électromagnétique et provoque ainsi l'apparition d'une onde réfléchie de même amplitude et agissant en opposition de phase de sorte que les deux ondes réfléchies interfèrent de façon destructive.



Figure III-8. Adaptation de la cavité par le stub line.

## III.2.6. Choix de la forme de la cavité

Le choix de la forme de la cavité est dépendant de l'application visée. Pour les caractérisations diélectriques, la cavité rectangulaire est largement utilisée [19] car elle est plus facile à usiner et la distribution des champs dans ce type de cavité est relativement simple. Cependant, la cavité circulaire présente l'avantage d'avoir un bon facteur de qualité (Q) [43]. Notre choix s'est porté sur la cavité rectangulaire qui se prête mieux à la mesure diélectrique.

## III.2.7. Choix du mode de travail

Comme vu précédemment, pour des dimensions données de cavité, nous avons une infinité de modes de résonance. Par contre, nous avons intérêt à choisir un mode dont le profil de champ électromagnétique est simple et bien défini afin de bien localiser les régions de champ électrique ou magnétique maximal. Pour nos mesures, un mode bien adapté n'est autre que le mode fondamental  $TE_{102}$ . Dans la littérature, pour la cavité rectangulaire, les modes  $TE_{10p}$  sont couramment utilisés pour les mesures de permittivité complexe [19].

# III.3. Méthode des perturbations en cavité résonante

La méthode des perturbations de la cavité résonante occupe une place importante pour mesurer la permittivité et la perméabilité des matériaux diélectriques et de ferrite aux hyperfréquences [44] et [45]. Elle a été étudiée et développée depuis plusieurs décennies [46]. Une telle méthode est basée sur le fait qu'en présence d'un échantillon de petit volume et peu perturbateur dans la cavité, les propriétés des champs électromagnétiques doivent être

pratiquement inchangées (le mode, la forme du champ). A partir de cette approximation, l'analyse électromagnétique de la cavité permet de déduire les expressions des permittivités.

## III.3.1. Principe de la méthode

Le principe fondamental de la méthode des perturbations est que l'insertion d'un petit échantillon diélectrique dans la zone où le champ électrique (mesure de la permittivité) ou le champ magnétique (mesure de la perméabilité) est maximal provoque un décalage de la fréquence de résonance et une diminution du facteur de qualité de la cavité. Les différences observées entre les fréquences de résonance à vide et avec échantillon ( $\Delta f$ ) ainsi que la mesure du facteur de qualité ( $\Delta Q$ ) permettent de déterminer les propriétés électromagnétiques de l'échantillon.

Considérons une cavité vide (Figure III-9a) perturbée par un échantillon diélectrique ou magnétique (Figure III-9b).



Figure III-9 a) Cavité vide, b) Cavité chargée par l'échantillon

D'après [39], les équations de Maxwell correspondant à ces deux cas s'écrivent:

Cavité vide :

$$\vec{\nabla} \times \vec{E}_0 = -j\omega_0 \mu_0 \vec{H}_0 \tag{III-19}$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{H}_0 = j\omega_0 \varepsilon_0 \vec{E}_0 \tag{III-20}$$

Cavité Chargée :

$$\vec{\nabla} \times \vec{E}_1 = -j\omega_1 \mu_1 \vec{H}_1 \tag{III-21}$$

Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

$$\vec{\nabla} \times \vec{H}_1 = j\omega_1 \varepsilon_1 \vec{E}_1 \tag{III-22}$$

Avec  $\vec{E}_0, \vec{H}_0, \mu_0, \varepsilon_0$  et  $\omega_0$  caractérisent la cavité vide,

 $\vec{E}_1, \vec{H}_1, \mu_1 = \mu_0 + \Delta \mu$ ,  $\varepsilon_1 = \varepsilon_0 + \Delta \varepsilon$  et  $\omega_1$  caractérisent la cavité perturbée

En développant ces équations on obtient :

$$\frac{\omega_{1} - \omega_{0}}{\omega_{1}} = -\frac{\int_{v_{e}} \left[ (\varepsilon_{1} - \varepsilon_{0}) \vec{E}_{1}^{*} \vec{E}_{0} + (\mu_{1} - \mu_{0}) \vec{H}_{1}^{*} \vec{H}_{0} \right] dv}{\int_{v_{c}} \varepsilon_{0} \vec{E}_{1}^{*} \vec{E}_{0} - \mu_{0} \vec{H}_{1}^{*} \vec{H}_{0} dv}$$
(III-23)

L'équation (III-23) donne l'équation générale de perturbation détaillée par Harrington [47]. Elle montre que toute augmentation de  $\varepsilon$  ou de  $\mu$  en tout point dans la cavité a pour effet de diminuer la fréquence de résonance. Toutefois, nous ne connaissons pas exactement les champs  $\vec{E}_1$  et  $\vec{H}_1$  dans la cavité perturbée.

Considérons le volume de l'échantillon (V<sub>e</sub>) est très petit par rapport au volume de la cavité (V<sub>c</sub>) et  $\mathcal{E}_1 = \mathcal{E}_0$  partout sauf dans le petit volume (V<sub>e</sub>). Ainsi, on peut supposer que  $\vec{E}_1 = \vec{E}_0$  et que  $\vec{H}_1 = \vec{H}_0$  dans l'intégrale au dénominateur de l'équation (III-23):

$$\frac{\omega_{1} - \omega_{0}}{\omega_{1}} = \frac{-\int_{v_{e}} (\varepsilon_{1} - \varepsilon_{0}) \vec{E}_{1}^{*} \vec{E}_{0} dv - \int_{v_{e}} (\mu_{1} - \mu_{0}) \vec{H}_{1}^{*} \vec{H}_{0} dv}{2\varepsilon_{0} \int_{v_{c}} |\vec{E}_{1}|^{2} dv - \mu_{0} \int |\vec{H}_{1}|^{2} dv}$$
(III-24)

L'échantillon est diélectrique ( $\mu_1=\mu_0)$  , l'équation (III-24) se réduit donc à :

$$\frac{\omega_{1}-\omega_{0}}{\omega_{1}} = \frac{-\left(\varepsilon_{1}-\varepsilon_{0}\right)\int\limits_{V_{c}}\vec{E}_{1}^{*}\vec{E}_{0}dv}{2\varepsilon_{0}\int\limits_{V_{c}}\left|\vec{E}_{1}\right|^{2}dv-\mu_{0}\int\left|\vec{H}_{1}\right|^{2}dv}$$
(III-25)

Où  $\overrightarrow{E_0}$  et  $\overrightarrow{E_1}$  sont respectivement le vecteur de champ dans la cavité vide et dans l'échantillon.

Généralement, dans une cavité présentant des pertes d'énergie (sur ses parois non parfaitement conductrices et dans l'échantillon) la pulsation  $\omega$  est une grandeur complexe et s'écrit:

$$\omega = \omega_r - j\omega_i \tag{III-26}$$

 $\omega_r$ , et  $\omega_i$  étant les fréquences réelles et imaginaires de résonance de la cavité dans les deux cas.

Le facteur de qualité Q est défini par :

$$Q = \frac{\omega_r}{2\omega_i} \tag{III-27}$$

Considérons les expressions :

$$\frac{\Delta\omega}{\omega} = \frac{\omega_1 - \omega_0}{\omega_1} \tag{III-28}$$

Où  $\omega_0$  et  $\omega_1$  sont complexes ;  $\omega_{r0} \cong \omega_{r1}$  et  $\omega_i << \omega_r$ 

On obtient pour la variation complexe, à la suite de l'introduction de l'échantillon dans la cavité:

$$\frac{\Delta\omega}{\omega} = \left[\frac{f_{r1} - f_{r0}}{f_{r0}} + j\left(\frac{1}{2Q_1} - \frac{1}{2Q_0}\right)\right] \left[1 - j\frac{1}{2Q_1}\right]$$
(III-29)

En négligeant le terme  $1/2Q_1$  par rapport à l'unité, il vient:

$$\frac{\omega_1 - \omega_0}{\omega_1} = \frac{f_{r1} - f_{r0}}{f_{r0}} + \frac{j}{2} \left( \frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_0} \right)$$
(III-30)

Si on regroupe les équations ci-dessous, nous arrivons à la formule de perturbation, permettant de déterminer la permittivité complexe d'un matériau à partir de grandeurs mesurables, à savoir la fréquence de résonance et le facteur de qualité.

Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

$$\frac{f_{r1} - f_{r0}}{f_{r0}} + \frac{j}{2} (\frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_0}) = \frac{-(\varepsilon_1 - \varepsilon_0)}{2\varepsilon_0} \frac{\int_{V_e} \vec{E_1}^* \vec{E_0} dv}{\int_{V_o} |\vec{E_1}|^2 dv}$$
(III-31)

On définit un coefficient de remplissage (N) par l'expression :

$$N = \frac{\int_{V_e} \vec{E}_1 \cdot \vec{E}_0 dv}{\int_{V_c} |\vec{E}_1|^2 dv}$$
(III-32)

Ce paramètre N peut être calculé soit par une analyse théorique à partir des expressions des champs électrique E et magnétique H, soit d'une façon expérimentale en utilisant un matériau de caractéristiques électromagnétiques connues.

Notons que dans le cas des matériaux magnétiques, on obtient des formules analogues en intervertissant  $\varepsilon$  et E avec  $\mu$  et H.

## III.3.2. Calcul du coefficient de remplissage N

#### III.3.2.1. Application à notre cas

On se place dans le cas d'une cavité rectangulaire qui résonne au mode  $TE_{102}$ . Afin de séparer les effets électriques et magnétiques, l'échantillon diélectrique est placé verticalement dans la région où le champ électrique est maximal (H=0).



Figure III-10. Le champ électrique dans la cavité (TE<sub>102</sub>).

Le champ électrique n'a alors qu'une seule composante :

$$\vec{E}_{y} = -j\vec{E}_{oy}\sin(\frac{2\pi}{a}x)\sin(\frac{2\pi}{c}z)$$
(III-33)

En supposant que le champ électrique à l'intérieur de l'échantillon diélectrique est constant  $(\vec{E}_1 = \vec{E}_0)$ , l'intégration du dénominateur dans l'équation (III-31) s'écrit:

$$\int_{V_c} \left| \vec{E}_1 \right|^2 dV = E_{0y}^2 \frac{abc}{4} = E_{0y}^2 \frac{V_c}{4}$$
(III-34)

Avec  $V_c$  le volume de la cavité ( $V_c=a \times b \times c$ )

De même, le numérateur de l'équation (III-31) est :

$$\int_{V_e} \vec{E}_1^* \vec{E}_0 dV = V_e E_{0y}^2$$
(III-35)

Nous déduisons alors le coefficient (N) par:

$$N = \frac{\int_{V_e} \vec{E}_1 \cdot \vec{E}_0 dV}{\int_{V_c} |\vec{E}_1|^2 dV} = 4 \frac{V_e}{V_c}$$
(III-36)

Si nous considérons que H $\neq$ 0, le champ magnétique dans la cavité a donc deux composantes  $H_x$  et  $H_z$ . Mais comme on se place à  $\lambda_g/4$  du court-circuit  $H_z$  est nul donc :

$$\int \left| \vec{H}_1 \right|^2 dv = H_0^2 \int \left( \sin(\frac{\pi}{a} x) \cos(\frac{\pi}{c} z) \right)^2 dv = H_0^2 \frac{abc}{4} = H_0^2 \frac{v_c}{4}$$
(III-37)

#### III.3.2.2. Les expressions de la permittivité

Les parties réelle et imaginaire de la permittivité peuvent être données par la relation suivante :

$$\varepsilon' = 1 + \frac{\Delta f}{2f_0} \frac{V_C}{V_e} \tag{III-38}$$

$$\varepsilon'' = \frac{1}{4} \left(\frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_0}\right) \frac{V_c}{V_e}$$
(III-39)

Où  $\Delta f = f_0$ -  $f_1$  est le décalage de la fréquence de résonance.  $f_0$ ,  $f_1$  et  $Q_0$ ,  $Q_1$  sont respectivement les fréquences de résonance et les facteurs de qualité propres de la cavité à vide et chargée.

Dans le cas des matériaux magnétiques, on obtient des équations analogues en intervertissant  $\epsilon$  et E avec  $\mu$  et H.

D'après [19], afin d'améliorer la précision de mesure des pertes diélectriques, l'équation (III-39) a été modifiée et remplacée par :

$$\varepsilon'' = (\frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_0}) \frac{V_c}{4V_e}$$
(III-40)

avec

$$Q_{0}' = Q_{0} \left[ 1 + (\varepsilon' - 1) \frac{V_{c}}{4V_{e}} \right]$$
(III-41)

Les avantages et les inconvénients de la méthode des perturbations de la cavité, ainsi que la comparaison avec d'autres techniques de résonance, ont été donnés dans [48].

# III.4. Matériau à deux couches diélectriques

Nous souhaitons définir un milieu effectif de l'assemblage de deux couches diélectriques d'épaisseur  $L_1$  et  $L_2$ .



Figure III-11. Milieu effectif de l'association de deux couches.

Dans un milieu effectif, les expressions de paramètres S sont données par :

$$S_{11} = S_{22} = \frac{\sigma_e (1 - T_e^2)}{1 - \sigma_e^2 T_e^2}$$
(III-42)

et

$$S_{21} = S_{12} = \frac{T_e (1 - \sigma_e^2)}{1 - \sigma_e^2 T_e^2}$$
(III-43)

Avec  $\sigma_e = \frac{Z_{eff} - Z_0}{Z_{eff} + Z_0}$  (Z<sub>eff</sub> et Z<sub>0</sub> sont respectivement l'impédance caractéristique

effective et l'impédance de vide)

$$\sigma_{e} = \frac{\frac{\sqrt{\mu_{eff}}}{\sqrt{\varepsilon_{eff}}} - 1}{\frac{\sqrt{\mu_{eff}}}{\sqrt{\varepsilon_{eff}}} + 1} \quad \text{où } \sqrt{\mu_{eff}} = 1 \text{ pour un matériau non magnétique}$$

$$\mathcal{E}_{eff} = \left(\frac{1 - \sigma_e}{1 + \sigma_e}\right)^2 \quad \text{et } T_e = e^{-\gamma_2 L_2}$$

Dans une ligne de transmission sans pertes, nous avons :

$$T_e = e^{-j\frac{\omega}{c}\sqrt{\varepsilon_{eff}}L_e}$$
(III-44)
En toute rigueur nous pouvons calculer (et mesurer) les paramètres S du système (cf. annexe A) à partir des propriétés et des épaisseurs de structure bicouche.

En posant :

$$\sigma_{1} = \frac{Z_{1} - Z_{0}}{Z_{1} + Z_{0}} = \frac{1 - \sqrt{\varepsilon_{r1}}}{1 + \sqrt{\varepsilon_{r1}}}$$
(III-45)

$$\sigma_2 = \frac{Z_0 - Z_2}{Z_0 + Z_2} = \frac{\sqrt{\varepsilon_{r2}} - 1}{\sqrt{\varepsilon_{r2}} + 1}$$
(III-46)

$$T_1 = e^{-j\gamma_1 L_1}$$
 et  $T_2 = e^{-j\gamma_2 L_2}$ 

Nous obtenons :

$$s_{11} = \frac{(1+\sigma_1\sigma_2)(\sigma_1+\sigma_2T_1^2T_e^2) - (\sigma_1+\sigma_2)(\sigma_1\sigma_2T_2^2+T_1^2)}{(1+\sigma_1\sigma_2)(1+\sigma_1\sigma_2T_1^2T_2^2) - (\sigma_1+\sigma_2)(\sigma_1T_2^2+\sigma_2T_1^2)}$$
(III-47)

$$s_{21} = s_{12} = \frac{(1 - \sigma_1^2)(1 - \sigma_2^2)T_1T_2}{(1 + \sigma_1\sigma_2)(1 + \sigma_0\sigma_2T_1^2T_2^2) - (\sigma_1 + \sigma_2)(\sigma_1T_2^2 + \sigma_2T_1^2)}$$
(III-48)

$$s_{22} = \frac{-(1+\sigma_1\sigma_2)(\sigma_2+\sigma_1T_1^2T_2^2) - (\sigma_1+\sigma_2)(\sigma_1\sigma_2T_e^2+T_1^2)}{(1+\sigma_1\sigma_2)(1+\sigma_0\sigma_2T_1^2T_2^2) - (\sigma_1+\sigma_2)(\sigma_1T_1^2+\sigma_2T_2^2)}$$
(III-49)

Contrairement à ce que nous pourrions supposer, nous remarquons que dans le cas général  $S_{11}\neq S_{22}$ . Il n'est donc pas possible de définir un milieu effectif puisque nous pouvons définir un  $\sigma_e$  unique.

Une première approche consiste à évaluer  $\sigma_e$  à partir de S<sub>11</sub> et S<sub>21</sub> et utiliser les équations de Nicolson-Ross pour L<sub>1</sub> et L<sub>2</sub> faibles devant la longueur d'onde  $\lambda$ . On notera, en effet, que S<sub>11</sub> $\approx$ S<sub>22</sub> si l'épaisseur des couches est très faible devant la longueur d'onde. Cependant, comme une dimension de l'échantillon (sa longueur insérée dans la cavité) n'est pas très inférieure à la longueur d'onde, on ne peut pas définir en toute rigueur un milieu effectif. On parle en général de milieu effectif, lorsque que l'on a des inclusions d'un matériau quelconque, petites devant la longueur d'onde, dispersées dans une matrice hôte. Ce n'est pas le cas de nos structures bicouches. Il est cependant possible de définir un effet perturbateur moyen de nos couches dans la cavité.

# III.5. Permittivité moyenne du milieu bicouche

Considérons deux échantillons diélectriques rectangulaires: Echantillon 1 de volume  $V_{S1} = S_1 \times d_1$  (S<sub>1</sub> est la surface, d<sub>1</sub> est l'épaisseur de l'échantillon) et de permittivité relative complexe  $\epsilon_{r1} = \dot{\epsilon_{r1}} - j\dot{\epsilon_{r1}}$ ; échantillon 2 de volume  $V_{s2} = S_2 \times d_2$  de permittivité relative complexe  $\varepsilon_{r2} = \varepsilon_{r2} - j\varepsilon_{r2}$  (Figure III-12). D'après l'équation (III-38), la constante diélectrique  $\varepsilon'_r$  pour chaque échantillon peut s'écrire alors :

$$\varepsilon_{r1} = 1 + \frac{f_0 - f_1}{2f_0} \frac{V_c}{S_1 d_1}$$
(III-50)

$$\varepsilon_{r2} = 1 + \frac{f_0 - f_1}{2f_0} \frac{V_c}{S_2 d_2}$$
(III-51)

Nous multiplions l'équation (III-50) par  $d_1$  et l'équation (III-51) par  $d_2$ , ensuite en les additionnant nous obtenons :

$$d_1 \varepsilon_{r_1} + d_2 \varepsilon_{r_2} = d_1 + d_2 + \frac{f_0 - f_1}{2f_0} \frac{V_c}{S_1} + \frac{f_0 - f_2}{2f_0} \frac{V_c}{S_2}$$
(III-52)

Pour un empilement bicouche constitué de deux échantillons 1 et 2, la variation de la fréquence de résonance provoquée par la présence de l'échantillon (préparé à partir de deux couches) dans la cavité est supposée être dépendante des propriétés diélectriques moyennes de celui-ci.



Figure III-12. Structure des deux échantillons rectangulaires.

Supposons que ces deux échantillons ont la même surface ( $S_1 = S_2$ ), ainsi :

$$\frac{d_1 \varepsilon_{r_1} + d_2 \varepsilon_{r_2}}{d_1 + d_2} = 1 + \frac{V_C}{2(V_{S1} + V_{S2})} \left(\frac{f_0 - f_m}{f_0}\right)$$
(III-53)

avec

$$f_m = f_1 + f_2 - f_0$$
 (III-54)

En comparant les équations (III-53) et (III-38), nous observons une relation similaire qui nous permet d'écrire la permittivité moyenne ( $\epsilon_m$ ) comme suit :

$$\varepsilon_{m} = \frac{d_{1}\varepsilon_{r1} + d_{2}\varepsilon_{r2}}{d_{1} + d_{2}}$$
 (III-55)

En supposant que la permittivité  $\epsilon'_{r2}$  de l'échantillon 2 est inconnue, nous obtenons dans ce cas :

$$\varepsilon_{r2} = \frac{\varepsilon_m (d_1 + d_2) - d_1 \varepsilon_{r1}}{d_2}$$
(III-56)

Cet effet cumulatif peut aussi être explicité de la même manière pour les pertes diélectriques  $\epsilon_{r2}^{"}$ :

$$\frac{d_1 \varepsilon_{r_1}^{"} + d_2 \varepsilon_{r_2}^{"}}{d_1 + d_2} = \frac{V_C}{4(V_{S1} + V_{S2})} \left(\frac{1}{Q_{s1}} - \frac{1}{Q_c} + \frac{1}{Q_{s2}} - \frac{1}{Q_c}\right)$$
(III-57)

$$\varepsilon_{m}^{"} = \frac{d_{1}\varepsilon_{r1}^{"} + d_{2}\varepsilon_{r2}^{"}}{d_{1} + d_{2}} = \frac{V_{c}}{4V_{s}}\left(\frac{1}{Q_{sm}} - \frac{1}{Q_{c}}\right)$$
(III-58)

où

$$\frac{1}{Q_{sm}} = \frac{1}{Q_{s1}} + \frac{1}{Q_{s2}} - \frac{1}{Q_c}$$
(III-59)

Dans le cas d'un matériau magnétique bicouche, en procédant de la même manière, nous retrouvons des équations analogues à celles de la permittivité.

$$\mu_m = \frac{d_1 \mu_{r1} + d_2 \mu_{r2}}{d_1 + d_2} \tag{III-60}$$

$$\mu_m^{"} = \frac{d_1 \mu_{r_1}^{"} + d_2 \mu_{r_2}^{"}}{d_1 + d_2}$$
(III-61)

Par conséquence, la théorie développée ci-dessus montre qu'une expression de simple proportionnalité donnant la permittivité moyenne en fonction des propriétés diélectriques et les épaisseurs d'un matériau bicouche (couche sur substrat) peut être déterminée en appliquant la méthode des perturbations à notre cavité. La mesure de la permittivité moyenne  $\varepsilon_m$  à partir des équations (III-38 et III-39) permettra de tirer la permittivité complexe relative ( $\varepsilon_r$ ) de la couche inconnue connaissant leurs épaisseurs respectives et les propriétés diélectriques du substrat.

## **III.6.** Outil de simulation

Les simulations sont réalisées avec le logiciel HFSS développé par la société Ansoft. C'est un logiciel de simulation du comportement électromagnétique des structures en 3 dimensions (High Frequency Structure Simulation). Il est basé sur la résolution des équations de Maxwell au moyen de la méthode des éléments finis (MEF) [49]. Il inclut des outils d'interprétations post-traitement et une interface graphique conviviale permettant à l'utilisateur de générer très simplement des cartographies de champ dans le volume de calcul.

Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde Pour étudier le comportement d'un composant, il faut tout d'abord dessiner sa structure, spécifier les matériaux pour chaque élément en indiquant ses caractéristiques électromagnétiques, identifier les ports d'excitations et les conditions aux limites. Le système génère alors les solutions en fonction des spécifications faites sur une fréquence ou une plage de fréquences.

Le logiciel HFSS possède un mailleur automatique qui décompose le modèle géométrique, suivant la capacité de calcul et la précision recherchée, en un grand nombre d'éléments tétraédriques. Chaque tétraèdre est composé de quatre triangles équilatéraux formant ce qu'on appelle « élément de maillage ». En divisant la structure en plusieurs petites régions, HFSS calcule les champs séparément dans chaque élément en fixant des critères de convergence. Plus les éléments sont petits, plus la solution est précise mais plus le temps de calcul est long.

Les paramètres qui peuvent être calculés par le logiciel HFSS sont : les paramètres S (Scattering Parameters), les fréquences de résonance, les cartes du champ éclectique et magnétique, etc. Ces paramètres sont déterminés tout en prenant en compte la plupart des phénomènes physiques inhérents à la structure de propagation telles que les pertes diélectriques, pertes par rayonnement, etc.

# **III.6.1.** Procédure et conditions de simulation

Sous HFSS la procédure du maillage est adaptative. Il applique un processus itératif pour affiner le maillage initial généré en concentrant les mailles là où les grandeurs des champs semblent évoluer rapidement jusqu'à atteindre la précision prédéfinie à travers le critère de convergence. Pour densifier ou arrêter le maillage, HFSS compare deux solutions consécutives issues des deux derniers maillages. Si le test vérifie le critère de convergence alors la procédure de maillage s'arrête. Sinon, le maillage est à nouveau affiné et testé.

Dans notre cas, la fréquence de maillage est fixée à 9 GHz pour une bande de fréquence allant de 7 GHz à 9 GHz. Le critère de convergence utilisé est la plus grande différence acceptable entre les paramètres S de deux maillages consécutifs ( $\Delta S_{max}$ ), nous l'avons réglée à 0,009.

Pour assurer une bonne convergence, nous avons imposé que le processus de maillage ne s'arrête que si  $\Delta S_{max} < 0.009$  est vrai pour trois itérations successives. Lorsque la convergence

est atteinte, HFSS effectue un balayage des fréquences dans la bande de travail et effectue les calculs de champs.

# III.7. Simulation de la cavité résonante

L'idée est de valider la méthode par simulation de la cavité résonante : nous voulons comparer les résultats de simulation avec ceux obtenus par les équations de l'approche proposée.

Nous allons donc simuler une cavité résonante fonctionnant en réflexion et en mode  $TE_{102}$ . Une telle simulation consiste à étudier tous les aspects liés à la dimension physique, le mode de couplage et la source d'excitation de la cavité. Ensuite, nous vérifions le fonctionnement de la cavité en testant certains matériaux dont les propriétés diélectriques sont connues. Finalement, nous étudions les limites de validation de la méthode des perturbations.

## III.7.1. Conception de la cavité

Le modèle simulé est représenté dans figure III-13. La cavité résonne à une fréquence de 9 GHz (Bande-X) en mode TE<sub>102</sub>. Elle a été conçue à partir d'un guide d'onde rectangulaire de dimension a=22.7 mm, b= 10 mm et c=48.3 mm (comme indiqué sur la Figure III-13a) et court-circuité par des parois conductrices à ses deux extrémités. L'épaisseur de la paroi de la cavité est de 1mm. Pour insérer l'échantillon, une fente rectangulaire (longueur × largeur=  $3\times1.3$  mm) a été percée sur l'une de ses grandes faces à la distance  $\lambda/4$  (=12.07 mm) du court-circuit, endroit où le champ électrique est maximal (Figure III-13b).



Figure III-13. a) Modèle de simulation en 3D de la cavité résonante (Photo du modèle conçu sous HFSS), b) Position et dimension du trou de remplissage.

L'excitation est effectuée à partir d'un guide rectangulaire équipé d'un iris de diamètre 5.6 mm. Ce dernier a été dimensionné pour qu'il permette autant que possible le transfert de puissance de la source électromagnétique vers la cavité, soit le coefficient de réflexion  $S_{11}$  tend vers zéro (-30 dB) (Figure III-14).



Figure III-14. Paramètres S<sub>11</sub>(dB) en fonction du rayon de l'iris de couplage (cm).

Les paramètres de résonance de la cavité à vide sont donnés dans le tableau III-2 suivant:

fréquence de résonance à	Bande $\Delta f à$	Facteur de qualité
vide (GHz)	mi-hauteur de S <sub>11</sub> (GHz)	$(Q=f_0/\Delta f)$
8.97	1.06×10 <sup>-4</sup>	$8.40 \times 10^4$



# III.7.2. Vérification du mode choisi

La configuration du champ électrique dans la cavité vide issue du simulateur HFSS est donnée dans la Figure III-15. Nous remarquons que le mode choisi est bien le mode TE<sub>102</sub> qui possède des composantes de champ électrique  $E_x$  et  $E_z$  nulles (Figure III-15a) et une amplitude maximale du champ électrique à la distance  $\lambda/4$  du court-circuit, endroit où est inséré l'échantillon à mesurer (Figure III-15b).



Figure III-15. a) Illustration des vecteurs de champ électrique( $\vec{E}y$ ) simulés dans la cavité (Vue de coté), b) Module du champ électrique simulé suivant z dans la cavité en mode TE<sub>102</sub>.

# III.7.3. Caractérisation diélectrique de matériaux

Il est important de juger de la validité du maillage du système exécutés sous HFSS avant de continuer plus loin. De ce fait, nous avons caractérisé certains matériaux par le modèle conçu sous HFSS. L'organigramme suivant résume la démarche à suivre pour extraire les propriétés diélectriques de l'échantillon à tester:



Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

#### Figure III-16. Organigramme d'extraction de ε en utilisant la méthode des perturbations.

Notons que les constantes diélectriques sont simulées indépendamment de la fréquence d'application (9 GHz). Ainsi, les valeurs extraites doivent être comparables aux valeurs réelles introduites pour la simulation. Les résultats obtenus et présentés dans le Tableau III-3, montre des valeurs très voisines aux valeurs prévues. La différence observée, particulièrement sur les pertes, peut s'expliquer en partie par le fait qu'en présence de l'échantillon le système source-cavité n'est plus bien adapté ( $S_{11} >>$ ), ce qui abaisse le facteur de qualité Q (l'élargissement de la courbe de réponse) et ainsi la détermination des pertes devient moins précise [50]. D'ailleurs, cette différence peut aussi être due au maillage de la cavité; Il faut un maillage très fin pour bien traduire les pertes par effet joule qui se produisent dans ses parois, ce qui demandera beaucoup de temps.

Echantillon	Valeurs initiales pour la simulation		Valeurs extraites (HFSS)		
	ε <sub>r</sub>	ε <sub>r</sub>	ε <sub>r</sub>	8 r	
Téflon	2.10	0.0021	2.07	0.0020	
Polyamide	4.30	0.0172	4.18	0.0157	
Taconic RF-35	3.50	0.0063	3.42	0.0060	

Tableau III-3. Résultats comparés des valeurs de la permittivité  $\varepsilon'_r$  et  $\varepsilon''_r$  calculées par la méthode des perturbations après simulation et des valeurs initiales des matériaux.

# III.8. Limites de validation de la méthode des perturbations

Comme nous l'avons vu précédemment, les formules obtenues par la méthode des perturbations ne sont exploitables qu'à condition de ne pas perturber trop les champs électromagnétiques dans la cavité. Il est donc intéressant d'examiner les limites de cette méthode en simulant la variation des lignes du champ électrique pour un ensemble de matériaux présentant des propriétés diélectriques variées. La simulation alors a pour but de montrer l'influence du matériau sur la forme des lignes de champs et ses déformations dans la cavité et de déterminer les limites de la méthode des perturbations.

Pour tenter d'éclaircir cette influence sur les lignes de champs, nous présentons dans les figures ci-après plusieurs exemples de la déformation des champs résultant de la présence des

matériaux au sein de la cavité. Les champs électriques sont simulés en deux dimensions dans le plan horizontal (OX, OZ).



Figure III-17. a) Lignes de champs électriques, b) le maillage d'une cavité vide (vue de dessus).



Figure III-18. Simulation de la déformation des lignes du champ dans la zone de l'échantillon en fonction de  $\varepsilon$  et  $\varepsilon$ .

Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

La figure III-18 présente la simulation du champ pour les différents cas des pertes. Par comparaison à la cavité vide (Figure III-17), nous constatons que pour des faibles valeurs de permittivité les lignes de champs sont peu modifiées en présence de l'échantillon. Par contre, dans le cas de matériaux de fortes permittivités nous voyons apparaître des modes d'ordre supérieurs avec une grande distorsion au niveau de la forme des lignes de champs.

Pour déterminer dans quelle mesure ces déformations affectent le calcul de la constante diélectrique, nous faisons une étude comparative des tangentes de pertes calculées à partir des résultats de simulations sur des matériaux ayant des propriétés diélectriques différentes. Ces résultats montrent les limites de l'approche de la méthode des faibles perturbations.

Les résultats présentés dans le Tableau III-4 montre que, pour un rapport  $V_e/V_c \approx 0.003$ , la méthode de perturbation est vérifiée dans des limites pouvant être définies dans le domaine des valeurs suivant:

$$1 \times 10^{-4} \le \text{tg}\delta \le 0.07$$

Notons que	e dans	la	littérature	[48],	il y	y a	des	études	qui	ont	montré	qu'il	n'est	pas
recommandé d	le mesu	rer	une tangei	nte de	pert	tes <	< 1×1	$10^{-3}$ .						

Valeurs introduites	Valeurs simulées	$\Delta tg\delta/tg\delta$	Valeurs introduites pour	Valeurs simulées	$\Delta tg\delta/tg$
pour la simulation	tgδ (HFSS)		la simulation	tgδ (HFSS)	
$10^{\text{-3}} \leq tg\delta \leq 0.047$			$6~10^{\text{4}} \leq tg\delta \leq ~0.028$		
10-3	1.04 10-3	4.76%	6 10-4	6.28 10-4	4.76%
1.6 10-3	1.71 10-3	5.88%	9.7 10-4	10.57 10-4	8.82%
4.7 10-3	4.7 10-3	0%	2.8 10-3	2.85 10-3	2%
2.810-2	2.9 10-2	1.66%	1.7 10-2	1.8 10-2	5%
4.7 10-2	4.7 10-2	0%	2.8 10-2	2.85 10-2	2%
Valeurs introduites	Valeurs simulées	$\Delta tg\delta/tg\delta$	Valeurs introduites pour	Valeurs simulées	Δtgδ/tg
pour la simulation	tgδ (HFSS)		la simulation	tgδ (HFSS)	
$3.5~10^{4} \leq tg\delta \leq 0.016$			$2.1~10^{4} {\leq}~tg\delta {\leq}~0.01$		
3.5 10-4	3.5 10-4	1.63%	2.1 10-4	0.43 10-4	79.5%
5.6 10-4	5.9 10-4	5.88%	3.4 10-4	2.49 10-4	26.76%
1.6 10-3	1.6 10-3	2.4%	10-3	0.96 10-3	4%
10-2	1.03 10-2	0.03%	6 10-3	5.87 10-3	2.16%
1.6 10-2	1.63 10-2	1.8%	10-2	0.97 10-2	3%

Tableau III-4 Résultats comparés des valeurs de tg8 extraites et des valeurs prévues

## III.8.1. Modélisation des champs pour un échantillon d'alumine

Nous souhaitons ici apercevoir l'effet perturbateur du matériau sur le module du champ au sein de la cavité. Dans la Figure III-19, nous présentons le module du champ électrique dans la cavité chargée par un échantillon d'alumine. La distorsion est visible dans la région de l'échantillon.



Figure III-19. Module du champ électrique  $|\vec{E}|$  sur toute la longueur de la cavité (axe OZ) chargée par l'alumine.

# III.9. Caractérisation des matériaux bicouches

A ce stade de notre étude, une méthode de caractérisation en cavité résonante a été simulée et vérifiée. Le but est de comparer les résultats issus de celle-ci avec ceux calculés selon notre approche sur les milieux bicouches.

## **III.9.1.** Préparation de l'échantillon

Nous avons, comme matériau test, un échantillon rectangulaire  $(a_1 \times b_1 \times L_1)$  de permittivité effective  $\varepsilon_{eff} = \varepsilon'_{eff} - j\varepsilon''_{eff}$  et constitué de deux couches homogènes (C<sub>1</sub> et C<sub>2</sub>) à faces planes et parallèles. La Figure III-20 présente la structure 3D de l'échantillon. La couche (C<sub>1</sub>), caractérisée par l'épaisseur (d<sub>1</sub>) et la permittivité  $\varepsilon_1 = \varepsilon_1 - j\varepsilon_1^{"}$ , a été considérée comme un substrat sur lequel nous avons déposé la deuxième couche (C<sub>2</sub>) ayant l'épaisseur (d<sub>2</sub>) de permittivité  $\varepsilon_2 = \varepsilon_2 - j\varepsilon_2^{"}$ . Pour un milieu diélectrique, la perméabilité est souvent prise égale à l'unité ( $\mu$ =1).



Figure III-20. Représentation de l'échantillon en 3D. Chaque zone représente un milieu défini par son épaisseur (d) et ses propriétés diélectriques (ε).

## III.9.2. Validation de la méthode

## III.9.2.1. Application au YIG déposé sur l'alumine

Pour la première approche, nous avons choisi l'alumine, matériau de référence pour les circuits micro-ondes, dont la permittivité relative est  $\varepsilon_{r1} = 9.9 - j0.008$  comme une couche substrat (C<sub>1</sub>) de 0.63 mm d'épaisseur. La deuxième couche est du YIG (C<sub>2</sub>) dont la permittivité relative complexe est fixée à  $\varepsilon_{r2} = 15 - j0.05$  (Figure III-21). Nous faisons varier l'épaisseur d<sub>2</sub> de cette dernière de 0 à 500 µm et déterminons la permittivité moyenne complexe de l'échantillon en appliquant deux méthodes différentes : L'approche du milieu bicouche basée sur les épaisseurs et les propriétés diélectriques des couches (Equation III-55) et la méthode des perturbations dépendant du changement des paramètres de résonance de la cavité, à l'exemple de la figure III-22 (Equations III-38 et III-40).



Figure III-21. Matériau bicouche à caractériser, placé dans la cavité.



Le tableau III-5 présente une comparaison des résultats obtenus. Nous constatons que la permittivité  $\varepsilon_{m}^{'}$  tirée de notre approche reste correcte pour des épaisseurs pouvant atteindre, dans le cas alumine + YIG, 500 µm. Par contre, pour les pertes diélectriques  $\varepsilon_{m}^{''}$  nous observons une erreur relativement importante. Ceci, outre les raisons précitées, peut être attribué à la capacité du logiciel à simuler des couches stratifiées à faibles pertes diélectriques.

L'épaisseur d <sub>2</sub> (μm)	ε' <sub>m</sub> simulé (III-38)	ε' <sub>m</sub> calculé (III-55)	Δε'/ε' (%)	ε <sup>"</sup> m simulé	$\varepsilon_{m}$ calculé	Δε"/ε" (%)
0	10.25	9.9	3.41	0.0079	0.008	1.26
10	10.26	10.31	0.48	0.0084	0.0087	3.57
50	10.54	10.57	0.28	0.010	0.011	10
100	10.94	10.85	0.82	0.014	0.013	7.14
200	11.56	11.31	2.16	0.019	0.018	5.26
300	11.99	11.67	2.66	0.022	0.021	4.54
400	12.36	11.96	3.23	0.023	0.024	4.34
500	12.57	12.20	2.94	0.027	0.026	3.70

Tableau III-5. Tableau comparatif entre les permittivités  $\varepsilon_m$  déterminées calculées par la méthode des perturbations après simulation et des valeurs initiales des matériaux.

#### III.9.2.2. Application aux matériaux bicouches quelconques

Nous déterminons l'évolution des permittivités moyennes pour des matériaux bicouches différents: certains d'entre eux sont constitués de couches de permittivité  $\varepsilon_{r2}$  sur un substrat

Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

de téflon d'épaisseur  $d_1 = 0,11$  mm et de permittivité  $\varepsilon_{r1} = 2.2 - j0.0021$ ; d'autres sur un substrat d'alumine de même épaisseur  $d_1$  et de permittivité  $\varepsilon_{r1} = 9.5 - j0.008$ .

En procédant comme dans le cas précèdent, nous déterminons les permittivités moyennes complexes ( $\varepsilon_m = \varepsilon_m - j \varepsilon_m$ ) pour différentes épaisseurs d<sub>2</sub> allant jusqu'à 500 µm.

Nous avons tracé les variations de la partie réelle et de la partie imaginaire de la permittivité  $\varepsilon_m$  figures III-23 et III-24.Ces courbes montrent un bon accord entre nos résultats et ceux issus de la méthode des perturbations.



Figure III-23 La variation de la constante diélectrique moyenne ( $\varepsilon'_m$ ,  $\varepsilon''_m$ ) en fonction de l'épaisseur de la couche déposée sur un substrat de téflon. Les courbes sont paramétrées par la méthode de calcul utilisée



Figure III-24. La variation de la constante diélectrique moyenne  $(\hat{\epsilon}_m, \hat{\epsilon}_m)$  en fonction de l'épaisseur de la couche déposée sur le substrat d'alumine. Les courbes sont paramétrées par la méthode de caractérisation utilisée.

#### III.9.2.3. Caractérisation de couche mince sur substrat

Nous allons à présent étudier la validité de la méthode pour caractériser une couche mince déposée sur un substrat spécifique.

Nous reprenons l'exemple précédemment cité, à savoir la couche de YIG déposée sur l'alumine. En se basant sur les permittivités moyennes tirées par la méthode des perturbations et présentées dans le tableau III-5, nous appliquons la relation (III-56) et déterminons les propriétés diélectriques relatives pour différentes épaisseurs de la couche de YIG, supposées inconnues.

Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

D'après les résultats obtenus et donnés dans le tableau III-6, nous constatons que les permittivités de la couche de YIG, qu'elles soient très minces (10  $\mu$ m) ou épaisses (500  $\mu$ m), concordent à la valeur prévue. Nous retrouvons ici l'erreur sur les pertes qui est due au logiciel.

Echantillon	Epaisseur de YIG d <sub>2</sub> ( $\mu$ m)	ε' <sub>r</sub> simulé	ε <sub>r</sub> calculé	$\Delta \hat{\epsilon}_{r} / \hat{\epsilon}_{r}$ (%)	ε <sup>"</sup> r simulé	ε <sup>"</sup> r calculé	$\frac{\Delta \varepsilon_{r}^{"} / \varepsilon_{r}^{"}}{(\%)}$
	10		14.38	1.91		0.04	24.52
	50		14.19	3.17		0.036	32.07
	100		14.49	1.15		0.052	1.88
YIG	200	14.66	14.54	0.81	0.053	0.054	3.77
	300		14.61	0.34		0.051	20.75
	400		14.63	0.20		0.046	13.20
	500		14.65	0.02		0.051	3.77

 $\begin{array}{l} \mbox{Tableau III-6. Résultats comparés des valeurs de la permittivité complexe de YIG calculées ($\epsilon_r$ calculé) par l'équation (III-55) et de la valeur simulée ($\epsilon_r$ simulé) à partir des équations (III-38 et III-40). Les résultats sont donnés pour différentes épaisseurs de YIG. \end{array}$ 

# **III.10.** Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons détaillé la technique de mesure en cavité résonante tant en termes d'élaboration du système que l'utilisation de relations théoriques de la méthode des perturbations appliquées à la mesure de la permittivité et de la perméabilité des matériaux. Ces relations ont été validées par des résultats de simulation sur des matériaux de propriétés diélectriques différentes.

Ensuite, en appliquant la méthode des perturbations aux structures de deux couches à faces parallèles, nous avons pu donner une simple relation donnant la permittivité globale ou moyenne du milieu en fonction des propriétés diélectriques des couches et leurs épaisseurs respectives. En particulier, cette nouvelle approche est applicable pour caractériser les propriétés diélectriques des couches minces d'épaisseur connues déposées sur substrats. Sachant que le substrat doit avoir des permittivités et d'épaisseur préalablement connues. D'ailleurs, cette relation peut être également exploitée pour déduire l'épaisseur des couches connaissant leur permittivité. Grâce au logiciel HFSS nous avons simulé la cavité résonante

et appliqué la méthode des perturbations. Ce qui nous a permet de comparer les résultats issus de notre approche à ceux simulés. Les résultats obtenus confirment la théorie établie précédemment sur les matériaux bicouches. Ces résultats très encourageants, nous ont motivés à procéder à la phase expérimentale, objet du chapitre IV.

# Chapitre IV : Vérification expérimentale et caractérisation des couches diélectriques et magnétiques

Chapitre IV : Vérification expérimentale et caractérisation des couches
diélectriques et magnétiques

IV.1. Introduction
IV.2. Réalisation du système de mesure92
IV.2.1. Le montage expérimental92
IV.2.2. Validation de la mesure en cavité résonante95
IV.3. Assemblage de couches95
IV.3.1. Le collage95
IV.3.2. Trempage-retrait (Dip coating)96
IV.4. Préparation des échantillons bicouches97
IV.4.1. Préparation du substrat97
IV.4.2. Dépôt des couches97
IV.4.3. Mesure de l'épaisseur : Le profilomètre98
IV.5. Mesures diélectriques99
IV.5.1. Couche de YIG déposée sur l'alumine par pulvérisation cathodique RF101
IV.5.2. Etude de l'effet de la colle Géofix102
IV.5.3. La précision de mesure102
IV.5.4. Analyse d'incertitude103
IV.6. Mesures magnétiques105
IV.6.1. Le banc de caractérisation106
IV.6.2. La perméabilité magnétique de la couche de YIG pulvérisée107
IV.6.3. Mesure de deux couches ferromagnétiques différentes108
IV.7. Conclusion110

# **IV.1. Introduction**

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté une étude théorique et numérique d'une nouvelle approche qui sert à caractériser les propriétés électromagnétiques d'une couche inconnue dans une structure bicouche. Cette approche est basée sur son épaisseur respective et les propriétés diélectriques de la seconde couche. Elle nécessite également une connaissance de la permittivité moyenne (ou globale) du matériau. Dans cette phase d'étude, notre objectif est donc de valider expérimentalement la méthode et de quantifier les incertitudes qui lui sont associées.

Dans un premier temps, nous réaliserons le système de mesure en cavité résonante que nous avons introduit précédemment. Ensuite, nous élaborerons un ensemble des échantillons bicouches de propriétés diélectriques et d'épaisseurs connues.

Dans la deuxième partie, nous présenterons une comparaison entre les résultats des tests expérimentaux menés sur les différentes couches en appliquant les relations de notre approche et celles proposées dans la littérature ou dans les fiches techniques des constructeurs. Nous appliquerons ensuite la méthode pour caractériser une couche de YIG déposée sur l'alumine par pulvérisation cathodique radiofréquence. Enfin, nous présenterons les erreurs principales rencontrées lors de la mesure en cavité résonante. Nous détaillerons aussi le calcul de l'incertitude associée à la constante diélectrique relative ( $\varepsilon_r$ ).

La dernière partie sera consacrée aux mesures magnétiques en cavité résonante. Nous observerons la variation de la perméabilité effective complexe ( $\mu$ ',  $\mu$ ") en fonction du champ magnétique externe pour l'échantillon de YIG pulvérisé en déterminant le champ H<sub>r</sub>, et la largeur de raie  $\Delta$ H. Un test sur un matériau composé de deux couches ayant des propriétés magnétiques différentes est également exposé.

# IV.2. Réalisation du système de mesure

# IV.2.1. Le montage expérimental

Comme le montre la Figure IV-1, le montage expérimental typique pour la mesure en cavité résonante est constitué de :

- Cavité (Applicateur)
- Adaptateur d'impédance (Pour accorder l'impédance de l'applicateur à l'impédance caractéristique du guide d'ondes)
- Iris de couplage fait en cuivre ou en feuille d'aluminium
- Système d'excitation-mesure (Analyseur Vectoriel)





Figure IV-1. a) Schéma représentatif du système de mesure de la constante diélectrique, b) Photo du montage expérimental réalisé, laboratoire LT2C.

## IV.2.1.1. Fabrication de la cavité

En se basant sur notre modèle de simulation présenté dans le chapitre III (Voir figure III-13), une cavité résonante rectangulaire a été fabriquée en utilisant un guide d'ondes standard WR-90 de longueur de 4,83 cm ( $=\lambda_g$ ), limité d'un côté par un iris de couplage et de l'autre par une paroi métallique, voir l'exemple de la figure IV-2.



Figure IV-2. Cavité résonante (9 GHz), avec une plaque de couplage.

Pour maintenir les conditions de mesure en cavité résonante, l'échantillon doit être placé perpendiculairement à l'axe de la cavité dans une région bien déterminée. La figure IV-3 montre le support qui a été réalisé pour placer correctement les échantillons.



Figure IV-3. Photo du port échantillon réalisé.

### IV.2.1.2. Excitation du mode choisi

La cavité a été couplée, à travers la plaque de couplage, au guide d'ondes dans lequel est excité le mode fondamental  $TE_{102}$ . D'autres modes peuvent apparaître dans le guide, dus à une mauvaise excitation à l'entrée ou à un défaut interne dans le guide. Généralement, ceuxci disparaissent en se propageant dans le guide : on les appelle modes dégénérés.

## IV.2.1.3. Analyseur de réseau

Nous utilisons l'analyseur de réseau Agilent PNA-L dont la gamme de fréquences peut varier de 10 MHz à 40 GHz comme un système excitation-mesure. Le balayage sur le domaine de fréquences prédéfini par l'utilisateur fournit la courbe de réponse du composant testé. Les résultats des mesures peuvent être représentés sous différentes formes: en coordonnées cartésiennes avec échelle linéaire ou logarithmique, en coordonnées polaires (module et phase) et par le diagramme de Smith. Pour les mesures en cavité, nous utilisons la présentation cartésienne avec l'échelle logarithmique.

A l'entrée de la cavité, le signal émis par la source est divisé en deux parties : l'une pénètre dans la cavité et l'autre est réfléchie vers l'analyseur. A la résonance de la cavité, une grande partie du signal incident est transmise vers la cavité, le coefficient de réflexion tend vers zéro. Par contre, loin de la fréquence de résonance, la réflexion du signal est quasiment totale.

# IV.2.2. Validation de la mesure en cavité résonante

D'abord, pour pouvoir exploiter le système de mesure, nous devons régler la cavité à l'aide de l'analyseur de réseau avant d'effectuer les essais. Le tableau IV-1 donne les paramètres de résonances à vide :

Fréquence de résonance à vide	Bande $\Delta f a$ mi-hauteur de S <sub>11</sub>	Facteur de qualité $Q=f_0/\Delta f$
8.99 GHz	0.003364 GHz	2673.93

Tableau IV-1. Paramètres de résonance à vide.

Pour valider le principe d'extraction de la méthode des perturbations, nous présentons dans le tableau IV-2 les résultats des mesures diélectriques sur deux matériaux tests (le téflon et l'alumine). Nous constatons un bon accord entre les valeurs mesurées avec celles proposées dans la littérature.

Echantillion	Valeurs reportées [51] [52]		Valeurs (8.9)	mesurées 9GHz)
	ε <sub>r</sub>	εŗ	ε <sub>r</sub>	εr
Teflon	2.08 (10 GHz)	0.0021 (10 GHz)	2.02	0.0023
Alumine	9.58 (7.62 GHz)	0.00099 (1 MHz)	9.57	0.001

Tableau IV-2. Résultats de mesures par cavité résonante.

# IV.3. Assemblage de couches

Pour nos applications, l'assemblage du substrat avec la couche à mesurer peut être réalisé soit par collage (couche en état solide), dépôt par pulvérisation cathodique RF ou par trempage-retrait « Dip coating » (couche Sol-Gel).

# IV.3.1. Le collage

Le collage a pour but de combiner les deux pièces grâce à un adhésif assurant une bonne fixation (Figure IV-4). Il suffit simplement de mettre une couche très mince (quelques micromètres) de l'adhésif par-dessus du substrat puis d'ajouter le film à déposer. Dans notre cas, nous utiliserons le Geofix comme produit adhésif.



Figure IV-4. Photo d'une ferrite collée sur l'alumine.

# **IV.3.2.** Trempage-retrait (Dip coating)

Comme son nom l'indique, cette technique consiste à tremper le substrat propre dans un bécher contenant la solution de dépôt puis à le retirer à vitesse constante. (Figure IV-5). Une telle technique permet de recouvrir le substrat d'une couche relativement uniforme.

Une fois le dépôt réalisé, nous enlevons le cache placé au préalable sur une face du substrat pour obtenir finalement un échantillon bicouche. L'épaisseur de la couche déposée dépend essentiellement de la vitesse de tirage ainsi que la dilution de la solution. Elle est mesurée par profilométrie.



Figure IV-5. Machine de trempage-retrait « Dip coating », laboratoire LT2C.

# IV.4. Préparation des échantillons bicouches

Nous nous intéressons dans cette partie plus spécialement à l'épaisseur du substrat et des couches que nous voulons tester; et bien sûr à la permittivité relative de chacune.

## **IV.4.1. Préparation du substrat**

Le substrat utilisé est une alumine de permittivité  $\varepsilon = 9.9$ –j0.009, valeur du constructeur à 1 MHz. Sa forme est rectangulaire de dimension spécifique : largeur  $\times$  épaisseur  $\times$  longueur =  $2 \times 0.6 \times 10$  mm (Figure IV-6). Il est nettoyé au moyen de deux solvants: d'abord de l'acétone puis de l'éthanol. Ces traitements permettent d'éliminer les poussières et les contaminants avant le dépôt des films que nous effectuerons par la suite.



Figure IV-6. Photo du substrat d'alumine.

# IV.4.2. Dépôt des couches

Nous avons préparé trois échantillons bicouches sur la base de l'alumine : Les deux premiers sont formés en collant des couches de YIG36 d'épaisseurs différentes (d<sub>2</sub>) (Figure IV-7). Le dernier substrat a été couvert d'une couche mince de résine photosensible (SU-8 3000). La figure IV-8 montre le profil de l'épaisseur de la couche de SU-8 3000 obtenue par profilometrie, l'épaisseur moyenne est de 134  $\mu$ m. On nommera  $\varepsilon_{r2}$  la permittivité relative de la couche à mesurer.



Figure IV-7. Structure de l'échantillon préparé.

Figure IV-8. Profil d'épaisseur obtenu par profilométrie sur une couche de SU-8 3000.

# IV.4.3. Mesure de l'épaisseur : Le profilomètre

Les échantillons préparés sont d'abord mesurés au profilomètre afin de vérifier leurs épaisseurs. La figure IV-9 montre une photographie prise de l'instrument (DEKTAK XT). Le principe de fonctionnement de l'appareil est le suivant : une pointe très sensible balaie la surface de l'échantillon; les irrégularités de la surface du dépôt analysé se traduisent immédiatement par une variation dans la position verticale de cette pointe, qui est alors transformée en tension électrique grâce à un transformateur différentiel. On obtient alors sur l'échantillon verticale de la position de la pointe en fonction de la distance qu'elle a parcourue sur l'échantillon.

En pratique, il suffit de créer, lors de la phase de dépôt, une « marche » entre une zone recouverte de dépôt et une autre non recouverte pour connaître son épaisseur. Cette marche est obtenue grâce à un cache placé sur une extrémité du substrat avant dépôt.



Figure IV-9. Instrument de mesure d'épaisseur (DEKTAK XT).

# **IV.5.** Mesures diélectriques

Il s'agit de mesurer la constante diélectrique relative des différentes couches qu'on a déposées sur des substrats d'alumine à partir de l'approche proposée reliant la permittivité moyenne d'un matériau bicouche avec les épaisseurs et les propriétés diélectriques de des couches respectives. Ensuite, nous comparerons les résultats obtenus avec ceux du constructeur.

En mesurant la réponse en réflexion de la cavité (Figure IV-10), nous estimons le changement des paramètres de résonance (f, Q) provoqué par la présence de l'échantillon (couche + substrat) au sein de la cavité. Ensuite, la méthode des perturbations est appliquée pour déterminer la constante diélectrique moyenne ( $\epsilon'_m$ ,  $\epsilon''_m$ ) (Figure IV-11).

Une fois les valeurs des permittivités  $\varepsilon_m$  mesurées, nous appliquerons les relations de base proposées dans le chapitre précédent, soit :

$$\varepsilon_{r2} = \frac{\varepsilon_m'(d_1 + d_2) - d_1 \varepsilon_{r1}}{d_2}$$
(IV-56)

et 
$$\varepsilon_{r2}^{"} = \frac{\varepsilon_{m}^{"}(d_{1}+d_{2}) - d_{1}\varepsilon_{r1}^{"}}{d_{2}}$$
 (IV-58)



Figure IV-10. La courbe de réponse en réflexion  $(S_{11})$ .



Le tableau IV-3 donne une comparaison entre les permittivités de YIG obtenues pour deux épaisseurs différentes avec celle du constructeur ( $\epsilon_r = 14$ ), sachant que celui-ci utilise la technique de la cavité résonante à 8.3 GHz avec  $\pm 5\%$  d'erreur de mesure. Pour l'échantillon ayant une couche relativement importante ( $d_2=0.63$ mm), la valeur de permittivité mesurée est comparable à celle donnée par le constructeur. Par contre, la mesure d'une couche mince de SU-8 3000 ( $d_2=0.143$ mm) a donné des résultats plus précis que ceux des couches plus épaisses car avec une épaisseur plus importante la perturbation est peut-être trop importante pour la méthode de la cavité résonante.

Echantillon	Epaisseur d'alumine d <sub>1</sub> (mm)	Epaisseur de YIG d <sub>2</sub> (mm)	ε <sub>r</sub> commercial	ε <sub>r</sub> mesuré (9 GHz)
		0.30		14.72
YIG36	0.63	0.63	14.00 (8.3 GHz)	13.33
SU-8 3000		0.143	3.20 (1 GHz)	3.564

# Tableau IV-3. Comparaison entre les permittivités $(\epsilon_r)$ mesurées et celles du constructeur pour deux couches différentes.

Le tableau IV-4 donne les pertes diélectriques ( $\varepsilon_r$ ) mesurées pour la couche SU-8 3000. La valeur proposée par le fournisseur [53] à une fréquence de1GHz, est de 0,033, ce qui est proche de la valeur mesurée par notre approche.

Echantillon	Epaisseur de l'alumine d <sub>1</sub> (mm)	Epaisseur deEpaisseur de SU-alumine $d_1$ (mm) $8 d_2$ (mm)		$\varepsilon_{\rm r}^{"}$ mesurée (16)
SU-8 3000	0.63	0.143	0.033 (1 GHz)	0.024 (9 GHz)

Tableau IV-4. Comparaison entre la perte diélectrique  $(\epsilon_r)$  mesurée pour le SU-8 et celle du constructeur.

## IV.5.1. Couche de YIG déposée sur l'alumine par pulvérisation

## cathodique RF

Un autre échantillon composé d'une couche de YIG déposée par pulvérisation cathodique radiofréquence à partir d'une cible de YIG (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 54,1% et Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 45,9%) a été mesuré. La couche est recuite à 800° C pour la cristallisation de ferrite. La mesure par profilomètrie a montré une couche uniforme de 19,6 µm d'épaisseur. Les résultats obtenus sont reproduits dans le tableau IV-5. La différence entre la constante diélectrique mesurée et celle donnée par le constructeur [54] pour un YIG pur (par exemple YIG10:  $\epsilon_r = 15.3$ ) signifie que la couche déposée n'est pas parfaitement pure; elle peut avoir une certaine porosité ou/et une stœchiométrie différente de la matière pure. Cependant, d'autres caractérisations physiques ont été effectuées. Les analyses RBS (Rutherford Backscattering Spectrosopy) et rayons-X effectuées au sein du laboratoire [55] sur cette couche mince de YIG ont montré qu'elle présente une bonne stœchiométrie et une bonne structure, très proche du YIG polycristallin pur. La différence observée entre la permittivité du matériau pur et celle de la couche pulvérisée peut donc être expliquée par la porosité, phénomène souvent observé après recuit. En utilisant la théorie de Maxwell Garnet (MGT) [56], la porosité peut être évaluée à environ 10%. Par conséquent, la mesure de la permittivité peut compléter les autres caractérisations, et peut donner des informations intéressantes sur la densité de matériau ou l'efficacité de la technique de dépôt par pulvérisation.

Echantillon	Epaisseur de l'alumine d <sub>1</sub> (mm)	Epaisseur de YIG d <sub>2</sub> (mm)	$\epsilon_{\rm r}$ reporté 8.99 (8.3 GHz)	ε <sub>r</sub> mesuré (8.99 GHz)
YIG	0.63	0.0196	15.30	13.20

Tableau IV-5. Résultats de caractérisation de la couche de YIG pulvérisé.

# IV.5.2. Etude de l'effet de la colle Géofix

Comme nous l'avons vu précédemment, lors de l'élaboration de substrats, le dépôt des couches sur les substrats peut-être réalisé par l'ajout d'une couche très mince de Géofix. L'influence de cette couche sur la mesure de la permittivité moyenne mesurée est déterminée en testant un substrat couvert d'une couche de colle d'épaisseur surestimée à 15 µm que l'on compare à la mesure réalisée sur un échantillon sans colle. Les résultats obtenus et présentés dans le tableau IV-6 montrent un écart d'environ 0.20 % sur la valeur initiale de la permittivité, ce qui n'est pas problématique si la caractérisation du substrat ou d'un autre matériau collé sur ce substrat ont des épaisseurs et des permittivités très supérieures à celle de la couche de colle. Il faudra cependant en tenir compte dans les cas contraires.

Alumine ε΄	Alumine + couche de Geofix $\varepsilon$	$\Delta \varepsilon / \varepsilon$
9.57	9.55	0.20%

Tableau IV-6. (	Comparaison entr	e substrat propre et	autre couvert par	du Geofix.
-----------------	------------------	----------------------	-------------------	------------

# IV.5.3. La précision de mesure

La précision de toute relation analytique doit être évaluée avant de l'appliquer dans les activités expérimentales. Une telle précision est influencée par les incertitudes associées à la mesure de différents paramètres intervenant dans la relation en question.

## IV.5.3.1. L'erreur sur la mesure en cavité résonante

La technique de la cavité résonante est extrêmement précise, cependant elle présente des erreurs dues aux erreurs de mesure du déplacement de la fréquence ( $\Delta f$ ) et du rapport de volume ( $V_c/V_e$ ) mais aussi aux erreurs liées aux hypothèses simplificatrices de la méthode des perturbations elle-même. Elles sont aussi dues au positionnement de l'échantillon dans la cavité [48] [57].

Il existe d'autres sources d'erreurs qui sont associées au dispositif de mesure du coefficient de réflexion telles que :

#### - Les erreurs aléatoires

Elles sont dues au bruit et à l'environnement (température, humidité...) et peuvent être réduites en vérifiant les câbles et les connecteurs pour s'assurer qu'ils ne sont pas endommagés et en minimisant tout mouvement des câbles des ports après l'étalonnage.

#### - Les erreurs systématiques

Ces erreurs sont liées aux imperfections de l'analyseur de réseau. Elles sont corrigées grâce à une procédure d'étalonnage proposée pour Agilent PNA-L. Pour notre cas, l'étalonnage OSTL (Open Short Through Load) est suffisamment performant pour garantir une faible influence de ces erreurs sur la valeur de la permittivité mesurée.

## IV.5.4. Analyse d'incertitude

Nous cherchons ici à quantifier l'incertitude associée au calcul de la constante diélectrique  $\epsilon_{r2}$  donnée par les relations (III-56 et III-58).

Selon la relation (III-38), la constante diélectrique moyenne de l'échantillon bicouche s'écrit:

$$\varepsilon_{m}^{'} = 1 + \frac{f_{0} - f_{m}}{2f_{0}} \frac{V_{c}}{S_{1}(d_{1} + d_{2})}$$
(IV-1)

A partir des relations (III-38) et (IV-1),  $\varepsilon_{r1}$  est fonction de V<sub>c</sub>, S<sub>1</sub>,  $f_0$ - $f_1 / f_0$  qui l'on écrit comme suit :  $\varepsilon_{r1} = \varepsilon_{r1} (d_1, V_c, S_1, f_0$ - $f_1 / f_0)$  (fonction de) et de même  $\varepsilon'_m = \varepsilon'_m (d_1, d_2, V_c, S, f_0$ - $f_m / f_0$ ). Ainsi, la relation (III-56) peut s'exprimer de la manière suivante :

$$\varepsilon_{2}^{'} = (1 + \frac{d_{1}}{d_{2}})\varepsilon_{m}^{'}(d_{1}, d_{2}, V_{c}, S_{1}, \frac{f_{0} - f_{e}}{f_{0}})$$

$$-\frac{d_{1}}{d_{2}}\varepsilon_{r_{1}}^{'}(d_{1}, V_{c}, S_{1}, \frac{f_{0} - f_{1}}{f_{0}})$$
(IV-2)

ou

$$\varepsilon_{r2} = f(d_1, d_2, V_c, S, S_1, \frac{f_0 - f_e}{f_0}, \frac{f_0 - f_1}{f_0})$$
(IV-3)

Ainsi, les paramètres mesurés contribuant au calcul des propriétés diélectriques relatives  $(\dot{\epsilon}_{r2})$  sont : les épaisseurs, la fréquence de mesure, le volume de la cavité et la surface de l'échantillon. Les incertitudes sur la fréquence dépendent de la capacité de l'analyseur de réseau à mesurer les petits changements de la fréquence à la résonance ( $\Delta f$ ), en particulier dans le cas de couches très minces où ce changement est très faible. Mises à part les couches très minces, on peut négliger les effets éventuels de l'incertitude dans la mesure de la fréquence. En outre, pour réduire au maximum les incertitudes sur les mesures de fréquence, une résolution de fréquence de 150 KHz dans la bande de 7 à 10 GHz qui a été choisie.

En considérant que les autres erreurs qui sont dues au volume de la cavité et la surface de l'échantillon sont négligeables, les erreurs liées à la mesure de l'épaisseur dominent alors l'incertitude totale dans le calcul de  $\varepsilon_{r2}$ . Dans ce cas, l'équation (IV-3) est simplifiée

$$\varepsilon_{r2} = (1 + \frac{d_1}{d_2})\varepsilon_m(d_1, d_2) - \frac{d_1}{d_2}\varepsilon_1(d_1)$$
(IV-4)

En utilisant les dérivées partielles par rapport aux épaisseurs  $d_1$  et  $d_2$ , nous quantifions l'incertitude totale associée au calcul de la constante diélectrique dans la relation (III-56). La contribution maximale des incertitudes, associée à la mesure des épaisseurs, sur la permittivité  $\varepsilon'_{r2}$  peut être exprimée comme suit:

$$\Delta \mathcal{E}_{r2} = \left| 1 - \mathcal{E}_{r2} \right| \frac{\Delta(d_2)}{d_2} \tag{IV-5}$$

où  $\Delta$  (d<sub>2</sub>) / d<sub>2</sub> est l'incertitude relative sur la mesure de l'épaisseur d<sub>2</sub>.

De même, la contribution des incertitudes à la perte diélectrique  $\varepsilon_{r2}$  est :

$$\Delta \mathcal{E}_{r2} = \mathcal{E}_{r2} \frac{\Delta(d_2)}{d_2}$$
 (IV-6)

Finalement, d'après les relations (IV-6 et IV-7), nous pouvons dire que la sensibilité de mesure de permittivité diélectrique d'une couche déterminée est principalement dépendante des propriétés diélectriques et de la précision de mesure de l'épaisseur de la couche. Plus la permittivité ou les pertes diélectriques sont élevées, plus les erreurs seront importantes. Dans la présente étude, l'épaisseur est mesurée par un profilomètre à contact (DEKTAK XT) avec une incertitude relative < 1% dans la gamme de mesure utilisée.

Comme nous l'avons vu précédemment, le calcul des incertitudes dépend des expressions des permittivités diélectriques moyennes ( $\varepsilon'_m$ ,  $\varepsilon''_m$ ) mesurées selon la technique de la cavité résonante.

# **IV.6.** Mesures magnétiques

La perméabilité magnétique est une grandeur tensorielle en hyperfréquence lorsque le matériau magnétique est aimanté. L'évolution de celle -ci en fonction de la fréquence dépend fortement de l'état d'aimantation du matériau. Lorsque le matériau est saturé, c.à.d. que les moments magnétiques sont tous alignés, le tenseur perméabilité se déduit du modèle de Polder [58] :

$$\bar{\bar{\mu}} = \begin{pmatrix} \mu & jk & 0\\ -jk & \mu & 0\\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$
(IV-7)

avec

$$\mu = 1 + \frac{\omega_m(\omega_0 + j\alpha\omega)}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} = \mu' - j\mu''$$
$$k = \frac{\omega_m\omega}{(\omega_0 + j\alpha\omega)^2 - \omega^2} = k' - jk''$$

Les composantes diagonales et non diagonales du tenseur de perméabilité sont fonction de la fréquence ( $\omega$ ) du signal électromagnétique propagé, de la fréquence de résonance gyromagnétique ( $\omega_0 = \gamma H_i$ ) et de la fréquence ( $\omega_m = \gamma M_S$ ) avec  $\gamma$ ,  $H_i$  et  $M_S$  qui représentent respectivement le facteur gyromagnétique, le champ magnétique statique interne du matériau et son aimantation à saturation.

On définit la perméabilité effective complexe du matériau dans la cavité, polarisé selon Oz par un champ magnétique statique, lorsqu'il est soumis à une onde électromagnétique qui se propage dans la direction perpendiculaire à ce champ:

$$\mu_{eff} = \frac{\mu^2 - k^2}{\mu} \tag{IV-8}$$

où µ et k sont les composantes de la perméabilité tensorielle de Polder.

Dans cette partie nous allons suivre l'évolution de la perméabilité magnétique effective  $\mu_{eff}$  en fonction du champ statique externe H pour certains matériaux ferromagnétiques sur une fréquence fixe (9 GHz).

## IV.6.1. Le banc de caractérisation

Nous avons d'abord besoin de remplacer la cavité résonante utilisée pour les mesures diélectriques par une autre cavité dont le trou de remplissage est à  $\lambda_g/2$  du court-circuit, endroit où le champ magnétique est maximal. Toutes les mesures magnétiques sont effectuées avec un champ appliqué parallèlement au plan du matériau. Aucune variation n'est détectée avec un champ perpendiculaire.

Pour l'extraction des valeurs de la perméabilité complexe effective, on procède de la même façon que dans les mesures diélectriques. Les figures IV-12 et IV-13 présentent le banc de mesure magnétique utilisé.



Figure IV-12. Photo du banc de caractérisation magnétique, laboratoire LT2C.



Figure IV-13. Photo montrant la cavité résonante dans l'entrefer de l'aimant.

# IV.6.2. La perméabilité magnétique de la couche de YIG

# pulvérisée

On reprend l'échantillon composé de la couche de YIG déposée sur l'alumine par pulvérisation cathodique pour estimer sa perméabilité effective complexe  $\mu_{eff}$  en fonction du champ statique H. Les résultats sont comparés avec les valeurs théoriques calculées à partir de la relation (IV-8). Les figures IV-14 et IV-15 donnent les résultats obtenus pour  $\mu'_{eff}$  et  $\mu''_{eff}$ .






Figure IV-15. Les variations des perméabilités effectives μ"<sub>eff</sub> théoriques et mesurées en fonction du champ statique appliqué à une couche de YIG déposée sur l'alumine.

Un bon accord entre théorie et mesure est observé pour le champ de résonance  $H_r$  ( $\approx 250$  T) alors que pour les pertes magnétiques (largeur à mi-hauteur  $\Delta H$ ) on aperçoit un petit élargissement par rapport à la courbe théorique. Cet élargissement peut être attribué à des mécanismes de pertes principalement liés aux imperfections du matériau (porosité, impuretés). Nous pouvons noter une différence entre les maxima entre les courbes théoriques et mesurées. Ceci peut s'expliquer aussi par la porosité du matériau. Il est peu probable que certaines régions de l'échantillon soient partiellement aimantées. Cependant certaines zones du matériau peuvent avoir un champ interne légèrement différent car le champ appliqué par l'électro-aimant n'est pas parfaitement homogène même si, pratiquement, les inhomogénéités restent très faibles.

### IV.6.3. Mesure de deux couches ferromagnétiques différentes

Nous voulons représenter la courbe de variations de la perméabilité effective ou globale en fonction du champ d'aimantation pour un empilement à deux couches magnétiques : LTCC et YIG36 d'épaisseur 0.55 mm et 0.63 mm respectivement.

Par souci de comparaison, nous donnons séparément les résultats de mesure de  $\mu'_{eff}$  sur le LTCC et le YIG36 puis sur l'empilement de LTCC+YIG36. A partir de cette représentation, il ressort deux pics séparés de  $\mu'_{eff}$ : l'un correspond au LTCC avec  $H_{rLTCC} \approx 150$  T et l'autre au YIG36 avec  $H_{rYIG36} \approx 260$  T.



Figure IV-16. La variation de la perméabilité  $\mu'$  en fonction du champ appliqué au LTCC, YIG36 et LTCC + YIG36 successivement.

Concernant les pertes effectives  $\mu''_{eff}$ , comme le volume de notre échantillon est relativement grand, à la résonance il y a une forte absorption d'énergie de l'onde incidente, ce qui entraîne une distorsion de la courbe de réponse de la cavité (S<sub>11</sub>) et ainsi il nous est impossible d'extraire les valeurs précises de la perméabilité  $\mu''_{eff}$ . Nous ne sommes plus dans l'approximation des petites perturbations et la méthode n'est plus applicable. La figure IV-16 donne la courbe approximative de l'évolution des pertes. Sur cette figure, les deux pics de résonance sont bien distincts. On notera également que les valeurs obtenues sur la partie réelle ( $\mu_{eff}$ ) sont, de ce fait inexactes, mais permettent de déterminer le champ de résonance.



Figure IV-17. La variation de la perméabilité µ''<sub>eff</sub> en fonction du champ appliqué au LTCC + YIG36.

### **IV.7.** Conclusion

Nous avons présenté une étude expérimentale pour valider la méthode proposée de la mesure des paramètres constitutifs de milieux bicouches et qui a fait l'objet principal de ce travail de thèse. Nous avons mis en œuvre la technique de cavité résonante. Avec cette technique, il nous a été possible d'évaluer la permittivité moyenne des substrats sur lesquels sont déposées les couches à mesurer. Les échantillons bicouches, utilisés comme matériaux tests, ont été préparés sur des substrats d'alumine dont les propriétés diélectriques et géométriques sont connues.

Ensuite, nous avons appliqué les relations des permittivités relatives données par notre approche et mesuré les différentes couches qui ont été déposées sur substrats. La comparaison entre nos résultats expérimentaux et ceux donnés par le constructeur ont montré la fiabilité de la méthode pour la caractérisation des couches minces. Comme échantillon test, la mesure a été effectuée sur une couche mince (19.6  $\mu$ m) de YIG déposée par pulvérisation cathodique RF. La permittivité obtenue était légèrement inférieure à celle du YIG massif, nous permettant d'estimer la densité de la couche pulvérisée et sa porosité. Des mesures magnétiques ont été aussi effectuées dans la dernière partie du chapitre sur la même couche de YIG. Nous avons pu déterminer la valeur du champ de résonance ainsi que la largeur  $\Delta$ H traduisant les pertes dans le matériau.

Afin d'estimer la précision de la méthode, une analyse théorique des incertitudes associées à la mesure de la permittivité diélectrique relative a été faite. Nous avons démontré qu'elle est dépendante principalement (dans nos conditions de mesure) des propriétés diélectriques et de la précision de mesure de l'épaisseur de la couche à caractériser.

Dans la dernière partie, nous avons utilisé une cavité adaptée aux mesures magnétiques pour suivre la perméabilité effective réelle d'un matériau magnétique bicouche. Nous avons eu des résultats intéressants montrant deux pics de  $\mu'_{eff}$  au champ de résonance spécifique à chaque couche. Pour des couches minces il est possible de déterminer la perméabilité effective de ces matériaux.

# **Conclusion Générale**

## **Conclusion Générale**

Ce travail de thèse apporte une contribution importante au niveau des méthodes de caractérisations des matériaux multicouches. Une simple relation de proportionnalité a été proposée pour déterminer les propriétés diélectriques relatives ou l'épaisseur des différentes couches dans une structure composite bicouche. Elle est dérivée des formules d'applications issues de la méthode des perturbations appliquée en cavités résonantes.

Le travail s'est déroulé en quatre étapes: Dans une première, un rappel sur les notions de base des matériaux diélectriques et magnétiques ainsi que sur les structures multicouches a permis d'avoir une compréhension globale du sujet de ce mémoire. Dans une deuxième étape, nous avons présenté l'état de l'art de différentes méthodes des caractérisations des matériaux en hyperfréquence. Ceci nous a permis de se faire une idée globale en termes d'avantages et d'inconvénients et ainsi de sélectionner la méthode le mieux adaptée à la caractérisation diélectrique et magnétique des matériaux, qui est la méthode en cavité résonante. Dans une troisième étape, une étude théorique et par simulation numérique ont été proposées. Nous avons exposé le principe de la méthode des perturbations appliquée à une cavité résonante de forme rectangulaire. Les expressions des permittivités obtenues grâce à cette méthode ont été appliquées au cas d'un échantillon rectangulaire bicouche. L'analyse théorique établie a montré qu'une expression de simple proportionnalité reliant les propriétés diélectrique moyenne d'un matériau bicouche avec les propriétés diélectriques relative et les épaisseurs des couches constituantes peut être obtenue.

Pour la partie simulation nous avons utilisés le logiciel HFSS pour comparer les résultats obtenus par notre approche avec ceux simulés. Il s'agissait de suivre l'évolution des propriétés diélectriques effectives des structures composées des couches simples déposées sur substrats en faisant varier l'épaisseur de ces couches. Une bonne concordance a été observée les résultats de simulation, jusqu'à une épaisseur pouvant avec atteindre 500 µm. Des résultats similaires ont été obtenus lorsque l'on a caractérisé les propriétés diélectriques relative des couches particulières dans des structures bicouches.

Dans dernière partie, les mesures expérimentales ont permis de valider notre approche. Nous avons testé des couches minces déposées sur substrat. Deux types de matériaux (YIG36 et Résine) ont été déposés sur des substrats d'alumines. La comparaison des valeurs des permittivités et des pertes diélectriques relatives mesurées par notre approche avec celles reportées par les constructeurs a montré la fiabilité de la méthode. La présente méthode a été exploitée en but de caractériser une couche de YIG pulvérisée sur l'alumine avec une épaisseur très mince d'environ 20 µm. Les résultats obtenus étaient voisins de la valeur réelle du YIG pur. La différence observée nous a permis, avec l'aide d'autres paramètres caractéristiques, d'évaluer la densité de la couche pulvérisée ou l'efficacité de la pulvérisation.

Une analyse de sensibilité a été menée afin d'analyser les influences de toutes variables sur la mesure précise des propriétés diélectriques à partir de notre méthode. Nous avons vu que les propriétés diélectriques de la couche à mesurer ainsi que la précision de mesure de son épaisseur sont les éléments dominant l'erreur maximale.

Enfin, une cavité adaptée aux mesures magnétiques a été utilisée pour tracer les courbes de variation de la perméabilité effective réelle d'un matériau magnétique bicouche. Nous avons eu des résultats intéressants montrant deux pics de  $\mu'_{eff}$  au champ de résonance spécifique à chaque couche.

Par conséquence, une approche très simple est proposée, elle offre une bonne sensibilité pour déterminer les paramètres constitutifs de couches minces déposées sur des substrats. Seule l'épaisseur de la couche à caractériser doit être connue pour les caractériser. Sachant que la méthode tient compte du substrat ayant des propriétés diélectriques et d'épaisseur que l'on utilise lors de l'application. Par ailleurs, cette approche peut être également exploitée pour déduire l'épaisseur des couches connaissant leur permittivité

A l'issue de cette thèse, une des perspectives serait d'effectuer des tests supplémentaires sur des couches minces ayant des fortes permittivités et à pertes élevées, ces perspectives permettront la vérification des limites de sensibilité de la méthode.

#### REFERENCES

- [1] H. ACIKGOZ, "Technique d'inversion associant la modélisation numérique et les réseaux de neurones pour la caractérisation microondes de matériaux ", Physique, PIERRE ET MARIE CURIE 2008.
- [2] J. A. Stratton and J. Hebenstreit, *Théorie de l'électromagnétisme*: Dunod, 1961.
- [3] L. Chen, C. Ong, C. Neo, V. Varadan, and V. Varadan, "Microwave electronics: measurement and material characterization, 2004," ed: John Wiley & SonsEngland.
- [4] A. R. V. Hippel, *Dielectric Materials And Applications*. New-York: Wiley, 1954.
- [5] C. A. Balanis, "Advanced engineering electromagnetics. 1989," ed: John Wiley & Sons.
- [6] P. Debye, "Polar molecules," Dover1929.
- [7] Y. Kobayashi, H. Nakai, F. Suzuki, and Z. Ma, "Frequency and Temperature Dependence Measurements of Complex Permittivity of Dielectric Rods Using Some TM 0m0 Modes in a Circular Cavity," in *Microwave Conference, 2007. APMC 2007. Asia-Pacific*, 2007, pp. 1-4.
- [8] G. Roussy and J. A. Pearce, *Foundations and industrial applications of microwave and radio frequency fields: physical and chemical processes*: Wiley Chichester, 1995.
- [9] R. Saillard, "Phénomènes thermiques sous champ micro-ondes dans les procédés de synthèse organique: application à la réaction de Diels-Alder," 1995.
- [10] K. Haake and J. Ter Haseborg, "Identification of the complex relative dielectric constant of porous polymers at different degrees of humidity," *Advances in Radio Science*, vol. 6, 2008.
- [11] S. R. Elliott, *The physics and chemistry of solids*: Wiley, 1998.
- [12] P. Richard, "Feynman. Feynman Lectures On Physics (3 Volume Set)," ed: Addison Wesley Longman, 1998.
- [13] X. H. Wu, A. A. Kishk, and A. W. Glisson, "A transmission line method to compute the far-field radiation of arbitrarily directed Hertzian dipoles in a multilayer dielectric structure: theory and applications," *Antennas and Propagation, IEEE Transactions on*, vol. 54, pp. 2731-2741, 2006.

- [14] J. Crisostomo, W. Costa, and A. Giarola, "Electromagnetic wave propagation in multilayer dielectric periodic structures," *Antennas and Propagation, IEEE Transactions on*, vol. 41, pp. 1432-1438, 1993.
- [15] W. Tinga, "Mixture laws and microwave-material interactions," *Dielectric properties* of heterogeneous materials. Progress in Electomagnetics Research, pp. 1-34, 1992.
- [16] E. E. C. D. F. MINCES and C. I. S. SILICIUM, "LE GRADE DE DOCTEUR," p. 19, 2000.
- [17] a. D. C. D. M. D. J. James Baker-Jarvis, "High-Frequency Dielectric Measurements," *IEEE Instrumentation & Measurement Magazine*, April 2010.
- [18] M. Adous, "Caractérisation électromagnétique des métariaux traités de génie civil dans la bande de fréquence 50 MHz-13 GHz," Université de Nantes, 2006.
- [19] J. Sheen, "Amendment of cavity perturbation technique for loss tangent measurement at microwave frequencies," *Journal of applied physics*, vol. 102, p. 014102, 2007.
- [20] M. B. B. Kashif Saeed, Ian C. Hunter Ed, "Planar Microwave Sensors for Complex Permittivity Characterization of Materials and Their Applications "*Applied Measurement Systems. In-Tech*, 2012.
- [21] "Référence Measurement of ElectromagneticProperties of Composite Materials."
- [22] T. T. Grove, M.F. Masters, and R.E. Miers, "Determining Dielectric Constants Using a Parallel Plate Capacitor.American Journal of Physics," pp. 52-56, 2005.
- [23] T.-M. L. Ming. He, *Metal-dielectric interfaces in gigascale electronics* New York Inc.: Springer-Verlag 2012.
- [24] F. Gardiol, *Hyperfréquences*: Ed. Dunod, Presses Polytechniques Romandes, 1987.
- [25] M. D. J. James Baker-Jarvis, J. H. Grosvenor, Jr. and Richard G. Geyer, *Transmission/Reflection and short-circuit line methods for measuring permittivity and permeability*: Natl. Inst. Stand. Technol, 1993.
- [26] G. S. V. R. M.S.Venkatesh, "An Overview of Dielectric Properties Measuring Techniques," *The Journal of The Canadian Society for Bioengineering (CSBE)*, 2005.
- [27] i. t. f. d. c. p. w. t. transmission.

- [28] A. P. G. a. R. N.C., "A Review of RF and Microwave Techniques for Dielectric measurement on polar liquids," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, pp. 727-743, 2006.
- [29] S. J. D. D. Q. Jiang, "Measurement of electromagnetic properties of materials using transmission/reflection method in coaxial line," presented at the The 3rd Asia pacific Conference on Environmental Electromagnetics CEEM China, 2003.
- [30] M. T. Khan and S. M. Ali, "A Brief Review of Measuring Techniques for Characterization of Dielectric Materials," *International Journal of Information Technology and Electrical Engineering*, vol. 1, 2012.
- [31] T. Marsland and S. Evans, "Dielectric measurements with an open-ended coaxial probe," in *IEE Proceedings H (Microwaves, Antennas and Propagation)*, 1987, pp. 341-349.
- [32] S. B. Kumar, U. Raveendranath, P. Mohanan, K. Mathew, M. Hajian, and L. Ligthart, "A simple free-space method for measuring the complex permittivity of single and compound dielectric materials," *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 26, pp. 117-119, 2000.
- [33] G. L. Friedsam and E. M. Biebl, "A broadband free-space dielectric properties measurement system at millimeter wavelengths," *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, vol. 46, pp. 515-518, 1997.
- [34] R. Cook and C. Rosenberg, "Measurement of the complex refractive index of isotropic and anisotropic materials at 35 GHz using a free space microwave bridge," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 12, p. 1643, 1979.
- [35] J. J. Baker-Jarvis, Michael D.; Riddle, Bill F.; Johk, Robert T.; Kabos, P. (Pavel); Holloway, Christopher L.; Geyer, Richard G.; Grosvenor, Chriss A., *Measuring the Permittivity and Permeability of Lossy Materials: Solids, Liquids, Metals, Building Materials, and Negative-Index Materials* vol. NIST Technical Note 1536. Washington: National Institute of Standards and Technology (U.S.), 2005.
- [36] D. K. Ghodgaonkar, V. V. Varadan, and V. K. Varadan, "A free-space method for measurement of dielectric constants and loss tangents at microwave frequencies," *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, vol. 38, pp. 789-793, 1989.
- [37] R. J. Cook, "Microwave cavity methods," presented at the in High Frequency Dielectric Measurement U.K.: IPC Science and Technology Press, 1973.
- [38] R. Waldron, "Perturbation theory of resonant cavities," *Proceedings of the IEE-Part C: Monographs*, vol. 107, pp. 272-274, 1960.
- [39] D. M. Pozar, *Microwave engineering*, 3rd ed. New York: John Wiley & Sons, 2005.

- [40] H. Boumediene, *Electromagnétisme*: Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene, 2002.
- [41] R. S. Kashyap, "Waveguide resonators," *Term paper report, Dept. of Electrical Engineering, Indian Institute of Technology, Bombay.*
- [42] E. G. Nyfors, *Cylindrical microwave resonator sensors for measuring materials under flow*: Helsinki University of Technology, 2000.
- [43] G. Boudouris and P. Chenevier, "Cavités électromagnétiques," 1971.
- [44] O. Klein, S. Donovan, M. Dressel, and G. Grüner, "Microwave cavity perturbation technique: part I: principles," *International Journal of Infrared and Millimeter Waves*, vol. 14, pp. 2423-2457, 1993.
- [45] D. Dube, D. Agrawal, S. Agrawal, and R. Roy, "High temperature dielectric study of Cr 2 O 3 in microwave region," *Applied physics letters*, vol. 90, pp. 124105-124105-3, 2007.
- [46] R. A. Waldron, "Perturbation theory of resonant cavities," *Proc. IEEE*, vol. 107, pp. 272-274, 1960.
- [47] R. F. Harrington, "Time-harmonic electromagnetic fields," 1961.
- [48] J. Sheen, "Study of microwave dielectric properties measurements by various resonance techniques," *Measurement*, vol. 37, pp. 123-130, 2005.
- [49] "Agilent High-Frequency Structure Simulator User's Guide," ed, 2000.
- [50] G. Boudouris, "Cavités sphériques (1, 0, 1) contenant un petit échantillon sphérique," *Journal de Physique Appliquée*, vol. 25, pp. 119-127, 1964.
- [51] A. R. V. Hippel, *Dielectric Materials and Applications*: New York: Wiley, 1961.
- [52] D. C. Dube, M. T. Lanagan, J. Kim, and S. Jang, "Dielectric measurements on substrate materials at microwave frequencies using a cavity perturbation technique," *Journal of applied physics*, vol. 63, pp. 2466-2468, 1988.
- [53] See <u>http://www.microchem.com/</u> for specific information on SU-8 3000 [Online].
- [54] see <u>http://www.temex-ceramics.com/</u> for specific information on YIG37 and YIG101 [Online].

- [55] T. Boudiar, "Elaboration de couches minces YIG par pulvérisation cathodique RF pour des applications dans les domaines optique et hyperfréquence.", Thèse de Doctorat, Université Jean Monnet de Saint Etienne, 22 octobre, 2004
- [56] J. M. Garnett, VII., Colours in Metal Glasses, in Metallic Films, and in Metallic. Phil. *Trans.*, 'A, 1904.
- [57] A. Note, "Agilent Basics of Measuring the Dielectric Properties of Materials," *Agilent Literature Number*, 2006.
- [58] D. Polder, "On the theory of ferromagnetic resonance," *Philos. Mag., vol. 40,* pp. 99-115, 1949.

## Annexe A Graphe de fluence du système bicouche

La figure suivante représente le graphe de fluence du système bicouche.



Du graphe ci-dessous, il ressort que :

$$\sigma_{0} = \frac{Z_{1} - Z_{0}}{Z_{1} + Z_{0}} \qquad ; \qquad \sigma_{1} = \frac{Z_{2} - Z_{1}}{Z_{2} + Z_{1}} \qquad ; \qquad \sigma_{2} = \frac{Z_{0} - Z_{2}}{Z_{0} + Z_{2}}$$

$$\Delta = 1 - \left\{ \sigma_{0}\sigma_{1}T_{1}^{2} - \sigma_{1}\sigma_{2}T_{2}^{2} - \sigma_{0}\sigma_{2}(1 - \sigma_{1}^{2})T_{1}^{2}T_{2}^{2} \right\} + \left\{ \sigma_{0}\sigma_{1}T_{1}^{2}(-\sigma_{1})\sigma_{2}T_{2}^{2} \right\}$$

$$\Delta = 1 + \sigma_{0}\sigma_{1}T_{1}^{2} + \sigma_{1}\sigma_{2}T_{2}^{2} + \sigma_{0}\sigma_{2}(1 - \sigma_{1}^{2})T_{1}^{2}T_{2}^{2} + \sigma_{0}\sigma_{1}^{2}\sigma_{2}T_{1}^{2}T_{2}^{2}$$

$$\Delta = 1 + \sigma_{0}\sigma_{1}T_{1}^{2} + \sigma_{1}\sigma_{2}T_{2}^{2} + \sigma_{0}\sigma_{2}T_{1}^{2}T_{2}^{2} = 1 + \sigma_{1}\sigma_{2}T_{2}^{2} + (\sigma_{0}T_{1}^{2} + \sigma_{2}T_{2}^{2})$$

Chemin 1  $e_1 = \sigma_0$   $\Delta_1 = \Delta$ 

Chemin 2  $e_2 = (1 - \sigma_0^2)\sigma_1 T_1^2$   $\Delta_2 = (1 + \sigma_1 \sigma_2 T_2^2) \sigma_1 T_2^2$ 

Ckemin 3  $e_2 = (1 - \sigma_0^2) T_1^2 (1 - \sigma_1^2) \sigma_2 T_2^2$   $\Delta_3 = 1$ 

$$s_{11} = \sigma_0 + \frac{(1 - \sigma_0^2 T_1^2 T_e^2)(1 + \sigma_1 \sigma_2 T_2^2) + (1 - \sigma_0^2)(1 - \sigma_1^2) T_1^2 T_2^2 \sigma_2}{\sigma_0 \sigma_2 T_1^2 T_2^2 + \sigma_1 (\sigma_0 T_1^2 + \sigma_2 T_2^2)}$$
$$s_{11} = \sigma_0 + \frac{(1 - \sigma_0^2) T_1^2 (\sigma_1 + \sigma_1^2 \sigma_2 T_2^2) + \sigma_2 T_1^2 T_2^2 - \sigma_1^2 \sigma_2 T_1^2 T_2^2}{\sigma_0 \sigma_2 T_1^2 T_2^2 + \sigma_1 (\sigma_0 T_1^2 + \sigma_2 T_2^2)}$$

et

$$s_{11} = \frac{\sigma_0 + \sigma_0^2 \sigma_2 T_1^2 T_2^2 + \sigma_0^2 \sigma_1 (\sigma_0 T_1^2 + \sigma_2 T_2^2) + (1 - \sigma_0^2) T_1^2 (\sigma_1 + \sigma_2 T_2^2)}{1 + \sigma_0 \sigma_2 T_1^2 T_2^2 + \sigma_1 (\sigma_0 T_1^2 + \sigma_2 T_2^2)}$$
$$s_{11} = \frac{(1 + \sigma_0 \sigma_2) (\sigma_0 + \sigma_2 T_1^2 T_2^2) - (\sigma_0 + \sigma_2) (\sigma_0 \sigma_2 T_2^2 + T_1^2)}{(1 + \sigma_0 \sigma_2) (1 + \sigma_0 \sigma_2 T_1^2 T_2^2) - (\sigma_0 + \sigma_2) (\sigma_0 T_2^2 + \sigma_2 T_1^2)}$$

# Annexe B La théorie de Maxwell - Garnett

La permittivité diélectrique effective du film ( $\varepsilon_{eff}$ ) constitué d'inclusions de fonction diélectrique  $\varepsilon_k$  dispersées dans un diélectrique de constante  $\varepsilon_m$  est déterminée par la théorie de Maxwell Garnett. La formule est la suivante:

$$\frac{\varepsilon_{eff} - \varepsilon_m}{\varepsilon_{eff} + 2 \varepsilon_m} = \sum_k q_k \frac{\varepsilon_k - \varepsilon_m}{\varepsilon_k + 2 \varepsilon_m}$$

Où  $q_k$  est la fraction volumique de l'inclusion k.

Dans cette formule les inclusions peuvent être de différents types. Dans le cas où toutes les inclusions sont du même type (YIG) de constante diélectrique  $\varepsilon_i$  l'expression prend la forme:

$$\frac{\varepsilon_{eff} - \varepsilon_m}{\varepsilon_{eff} + 2 \varepsilon_m} = q \frac{\varepsilon_i - \varepsilon_m}{\varepsilon_i + 2 \varepsilon_m}$$

Où q est la fraction volumique occupée par le YIG pulvérisé.

# Annexe E Liste des symboles

- $\mu_{eff}$  : Perméabilité magnétique effective
- $\epsilon_{eff}$  : Permittivité électrique effective
- $\mu_r$ : Perméabilité magnétique relative
- $\epsilon_r$  : Permittivité électrique relative
- $\lambda_0$ : La longueur d'onde à vide.
- σ: Conductivité électrique
- w : Fréquence angulaire
- $\Delta H$ : Largeur de résonance à mi-hauteur
- $\varepsilon_o$ : Permittivité électrique du vide
- $\mu_o$ : Perméabilité magnétique du vide
- C : Vitesse de la lumière
- E: Vecteur champ électrique.
- H : Vecteur champ magnétique
- D: Vecteur induction électrique
- B: Vecteur induction magnétique
- J : Vecteur densité de courant

## **Publications**

#### Articles de revues soumis

Radwan Dib, Didier Vincent, Ardaches Tchangoulian, Jean Pierre Chatelon, Ahmad Elrafhi, Akil Jrad, « Estimation of Permittivity Layers of Multilayered Structures at Microwave Frequency Using Resonant Cavity», soumise à Measurement Science and Technology July-2014

### Articles de conférences publiés

A. Hannour, D. Vincent, S. Neveu, V. Dupuis, R. Dib, A. Elrafhi, A. Jrad ; « Nanocomposite magnétique auto-orienté pour circulateurs hyperfréquences » ; 18èmes Journées Nationales Microondes 15-17 Mai 2013 - Paris

R.DIB, D.Vincent, A. Elrafhi et A.Jrad ; « Mesure de la constante diélectrique de structures planaires multicouches en cavité résonante» ; 13èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux. Nantes, 24–26 Mars 2014

R.DIB, D.Vincent, A. Elrafhi et A.Jrad ; « Mesure de la constante diélectrique de structures planaires multicouches en cavité résonante» ; 20th LAAS International Science Conference, Lebanese University, Hadath, Lebanon March 27-29, 2014

## Titre : Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde

**Résumé:** Cette thèse s'intéresse à la caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde. Les matériaux multicouches ont des propriétés électromagnétiques spécifiques et sont utilisés dans beaucoup de secteurs industriels, par exemple, dans les radiocommunications. La caractérisation électromagnétique reste une priorité pour la compréhension des caractéristiques de propagation des ondes électromagnétiques dans ces milieux. Dans ce travail de thèse nous proposons une nouvelle approche expérimentale pour déterminer les propriétés diélectriques effectives d'une structure multicouches en fonction des propriétés et de l'épaisseur de chacune des couches. En particulier, nous appliquons les expressions de permittivités issues de la méthode des perturbations utilisée en cavité résonante au cas d'un échantillon rectangulaire bicouche. L'analyse théorique établie a montré qu'une expression de simple proportionnalité reliant les propriétés diélectriques moyennes d'un matériau bicouche avec les propriétés diélectriques relatives et les épaisseurs des couches constituantes peut être obtenue.

Cette méthode a été appliquée avec succès sur différents matériaux bicouches. En particulier, elle a permis la caractérisation d'une couche de YIG d'épaisseur très mince (19.6  $\mu$ m) déposée par pulvérisation cathodique sur un substrat d'alumine en connaissant l'épaisseur et les propriétés diélectriques du substrat. La comparaison avec les résultats expérimentaux a révélé un bon accord entre théorie et mesure. L'analyse de l'incertitude associée au calcul de la permittivité par la méthode a montré une bonne sensibilité.

Enfin, nous donnons les courbes de variation de la perméabilité effective mesurée pour un empilement bicouche avec une couche mince de YIG.

Mots-clés : Matériaux multicouches, Caractérisation diélectrique, Permittivité effective, Perméabilité effective, Cavité résonante, Domaine microondes.

# Title: Characterization of magnetic and dielectric layers of multilayer structures using microwave resonant cavity

**Abstract:** This thesis aimed at characterizing the dielectric and magnetic layers of multilayer structures by using the technique of microwave resonant cavity. Multilayer structures have specific electromagnetic properties and are becoming increasingly important in many industrial domains, such as in radio-communication systems. The electromagnetic characterization remains a priority for understanding the characteristics of electromagnetic wave propagation in such environments. The thesis proposed a new experimental approach to determine the effective dielectric properties in a bilayer structure as a function of the characteristics and thickness of each specific layer. In particular, we apply the expressions of permittivities derived from the perturbations method which are used in resonant cavities in case of a bilayer rectangular sample. The established theoretical analysis leads us to propose a new expression of simple proportionality describing a relationship between the mean dielectric properties of a bilayer material and the relative dielectric properties and thickness of the constituent layers.

The presented method has been successfully applied to different bilayer materials. Particularly, it allowed the characterization of a very thin layer (YIG layer) of thickness 19.6 microns deposited by cathodic sputtering on an alumina substrate by knowing the thickness and dielectric properties of this substrate. The comparison with the experimental results revealed good agreement between theory and measurement. The analysis of the uncertainty associated to the calculation of the permittivity by the presented method showed good sensitivity. Finally, we provide the curves of variation of the effective permeability measured for a bilayer stack.

### Keywords: Multilayer materials, Dielectric characterization, Effective dielectric permittivity, Effective dielectric permittivity, resonant cavity, Microwave range.