



HAL
open science

Mise en évidence d'effets magnétiques par voie Sol-gel sur des méta-lignes

Baraka Mahamout Mahamat

► **To cite this version:**

Baraka Mahamout Mahamat. Mise en évidence d'effets magnétiques par voie Sol-gel sur des méta-lignes. Optique / photonique. Université de Lyon, 2016. Français. NNT: 2016LYSES020 . tel-01843379

HAL Id: tel-01843379

<https://theses.hal.science/tel-01843379>

Submitted on 18 Jul 2018

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

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



THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

Délivré par :

L'UNIVERSITÉ JEAN MONNET DE SAINT-ÉTIENNE

Diplôme de Doctorat

Spécialité : Optique, Photonique et Hyperfréquences

Présentée et soutenue publiquement

le 25 Mai 2016

Par :

MAHAMOUT MAHAMAT BARAKA

Mise en évidence d'effets magnétiques par voie
Sol-gel sur des méta-lignes

Directeur de Thèse :

Bruno SAUVIAC

Composition du Jury :

<i>Président :</i>	M. GÉRARD GRANET	Professeur, UNIVERSITÉ, CLERMONT II
<i>Rapporteurs :</i>	M. JÉRÔME SOKOLOFF	Maître de Conférences, HDR, Université TOULOUSE III
	M. STÉPHANE BILA	Chargé de Recherche, HDR, XLIM - UMR CNRS 7252, LIMOGES
<i>Examineurs :</i>	M. DIDIER VINCENT	Professeur, Université Jean MONNET, SAINT-ÉTIENNE
	MME. MARIE FRANÇOISE BLANC-MIGNON	Maître de Conférences, Université Jean MONNET, SAINT-ÉTIENNE
<i>Encadrant :</i>	M. BRUNO SAUVIAC	Professeur, Université Jean MONNET, SAINT-ÉTIENNE



CENTRE NATIONAL DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Dédicaces

Je dédie ce travail :

A mes parents :

Ma mère

Mon père

Aucun mot ne serait témoin de l'étendue des sentiments que j'éprouve à leur égard et je souhaite que Dieu leur préserve une longue vie.

A mes enfants :

je leur souhaite un avenir plein de joie, de bonheur et de succès et que Dieu leur préserve une longue vie. A mon fils AKRAM qui était né en cette période de soutenance, que Dieu le prenne en garde.

A mon épouse ZENIA :

Pour son soutien moral durant toutes les années d'études.

Que Dieu la préserve une longue vie.

A toute ma famille :

A eux tous, je souhaite un avenir plein de joie, de bonheur et de succès.

Remerciements

Ce travail de Thèse a été réalisé au Laboratoire Hubert Curien (LaHC) de l'université Jean Monnet de Saint-Etienne en son axe de recherche composants passifs. Il a été pour moi une expérience particulièrement enrichissante aussi bien sur le plan professionnel que sur le plan personnel.

Je remercie très vivement mon encadrant et directeur de Thèse Monsieur, le Directeur de formation de l'école Télécom Saint-Etienne, Bruno SAUVIAC, professeur des Universités pour avoir accepté mon encadrement sur ce travail et je tiens également à le remercier pour sa gentillesse et sa grande disponibilité.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à Monsieur le Directeur General Adjoint de l'école doctorale, Jean Jacques ROUSSEAU, Professeur des Universités pour l'accueil cordial qu'il m'a réservé, pour ses conseils scientifiques tout au long de ces travaux de recherches et pour la confiance qu'il m'a accordée.

Je tiens à remercier également Monsieur le Directeur General de l'institut national de sciences et techniques d'Abéché(INSTA), Dr Malloum SOULTAN de m'avoir accordé l'autorisation pour cette formation de recherches.

Je remercie très vivement Pr MAHAMOUD YOUSOUF KHAYAL, directeur du centre national de recherches (CNAR) pour ses conseils et ses encouragements.

Je remercie également tous les personnels permanents et non permanents du Laboratoire Hubert Curien avec qui j'ai eu le plaisir de travailler en particulier ceux de l'équipe de sol-gel pour leur aide et disponibilité dans cette partie de travaux.

J'associe à mes remerciements tous les collègues Doctorants pour le moment mémorable passé ensemble durant toutes les années des formations.

En fin j'aurai une pensée pour mes parents dont le soutien multiforme, tout au long de mes parcours primaire, secondaire et universitaire, a été précieux.

Introduction générale

IL y a quelques années, les systèmes de communication et de détection micro-ondes millimétriques étaient réservés spécialement aux applications militaires tels que les satellites, les radars, les systèmes de détection et de guidage. Cependant, avec l'explosion extraordinaire du marché de télécommunications mobiles et l'augmentation permanente de services de communications offerts et donc du nombre d'utilisateurs du spectre fréquentiel, les bandes de fréquences radiofréquences étaient saturées. C'est pourquoi l'activité de recherche s'est énormément consacrée à l'étude de circuits basés sur des structures planaires. Ces structures ont récemment subi d'importants développements technologiques, sont très attractifs pour leurs faibles coûts de réalisation, leur faible poids et dimensions. Les filtres connus en hyperfréquences peuvent être réalisés à partir de méta-lignes imprimées planaires. Dans cet étude, nous proposons d'associer les structures coplanaires réalisées au laboratoire et des composites à base de nanoparticules magnétiques afin d'obtenir un fonctionnement agile en fréquence et relativement faibles pertes. Ces structures sont des lignes méta-matériaux CRLH CPW (composite right left handed), qui signifie composite main droite/gauche coplanaire.

L'objectif de ces travaux de recherches est d'utiliser des composites à bases de nanoparticules magnétiques pour modifier le matériau dans les zones où son effet d'agilité est souhaité. Il s'agit de faire des tests sur les composants existants auxquels on rajoutera les fonctionnalités magnétiques en utilisant du sol-gel dopé. Le rapport de ces travaux de recherches est subdivisé en trois chapitres :

Le premier chapitre de ce manuscrit est consacré à l'état de l'art sur les méta-matériaux et la théorie sur les méta-lignes. Ensuite, nous présenterons des dispositifs agiles en fréquences existantes dans la littérature puis ceux que nous avons réalisés au cours de cette thèse par rajout de composites dopés à base de nanoparticules magnétiques.

Dans le deuxième chapitre, nous présenterons des méthodes de caractérisations électromagnétiques existantes et celle que nous avons développées pour caractériser les composites à bases de nanoparticules magnétiques. Ensuite, des simulations sur les nouvelles méthodes de caractérisation seront présentées.

Le dernier chapitre est réservé aux démarches technologiques et résultats expérimentaux. Nous allons en tout début de ce chapitre présenter les procédés de réalisations et des mesures des dispositifs étudiés dans cette thèse. Ensuite, nous présenterons le principe qui permettra l'obtention des composites à bases de nanoparticules magnétiques. Enfin, des

résultats expérimentaux sur les méthodes de caractérisation électromagnétique en cavité résonante (bande étroite) et celle de la cellule coplanaire (large bande) sur ces composites seront présentés.

Mise en évidence de phénomènes agiles dans des structures méta-lignes à l'aide de composites magnétiques

Sommaire

Introduction	23
1.1 Les métamatériaux	24
1.1.1 Définitions	24
1.1.2 Historique	24
1.1.3 Classification des matériaux	25
1.1.4 Terminologie	26
1.1.5 Structures, Propriétés et caractéristiques	27
1.1.5.1 Films métalliques minces	27
1.1.5.2 Structure Swiss Roll	28
1.1.5.3 Résonateur en anneaux fendus	28
1.1.5.4 Le CSRR	28
1.1.5.5 Réfraction négative	29
1.1.5.6 Vecteur de Poynting	30
1.1.6 Domaines d'applications	31
1.1.6.1 Intérêt pour les technologies des télécommunications	31
1.1.6.2 Spatial	32
1.1.6.3 Défense	32
1.1.6.4 Nanotechnologies	32
1.1.6.5 Avantages et inconvénients	32
1.2 Les métalignes	34
1.2.1 Théorie des lignes de transmissions	34
1.2.1.1 Ligne classique	34
1.2.1.2 Ligne main gauche	35

1.2.1.3	Lignes combinées main droite/gauche	35
1.2.2	Réalisation de lignes métamatériaux	38
1.2.2.1	Approche par éléments localisés en microstrip	38
1.2.2.2	Approche circuit résonant	39
1.2.2.3	Approche hybride	40
1.2.3	Implémentations planaires	41
1.2.3.1	Implémentations micro-ruban	41
1.2.3.2	Implémentations coplanaire	42
1.3	Dispositifs agiles en fréquence	44
1.3.1	Approche commande mécanique de type MEMs	44
1.3.2	Approche par éléments actifs	44
1.3.3	Approche par film ferroélectrique	45
1.3.4	Approche matériaux magnétiques massifs	46
1.4	Nouvelle voie magnétique pour la réalisation de dispositifs agiles en fréquence	48
1.4.1	Grandeurs et phénomènes magnétiques	48
1.4.1.1	Résonance gyromagnétique	49
1.4.1.2	Cycle d'Hystérésis	50
1.4.1.3	Tenseur de perméabilité	51
1.4.1.4	Notions d'anisotropie magnétique	52
1.4.2	Composites et voie Sol-gel	53
1.4.2.1	Matériaux composites	53
1.4.2.2	Le Sol-gel	54
1.4.2.3	Nanoparticules magnétiques	54
1.4.2.4	Critères de Choix de ferrofluide et aimantation à saturation	55
1.4.2.5	Synthèse de nanoparticules de maghémite	56
1.4.3	Agilité par voie sol-gel dans des dispositifs méta-lignes	57
1.4.3.1	Nouvelle voie magnétique de réalisation de dispositifs	57
1.4.3.2	Mesure de dispositifs	58
1.4.3.3	Mesure de dispositifs et agilité	60
1.4.3.4	Etude comparative	63
	Conclusion	66

Introduction

Ce chapitre comporte quatre parties. Dans la première, nous présenterons un tour d'horizon des méta-matériaux. Après avoir présenté l'historique, nous décrivons en particulier les principes, les propriétés et les caractéristiques des méta-matériaux puis citons quelques applications de ces derniers.

La deuxième partie porte plus précisément sur les méta-lignes (ou lignes méta-matériaux). Nous citerons les différents modèles de lignes de transmission et donnerons leurs caractéristiques théoriques (constante de propagation, vitesse de phase, vitesse de groupe et impédance caractéristique). Ensuite nous décrivons trois approches pour la conception des lignes méta-matériaux à savoir, l'approche CRLH, l'approche par circuit résonant et l'approche hybride. Pour finir, quelques illustrations de réalisation planaires de méta-lignes seront présentées.

La troisième partie est consacrée à l'étude des dispositifs agiles en fréquence de types méta-lignes. Nous présentons tout d'abord les approches existantes pour la réalisation de composants agiles en fréquence.

Dans la quatrième partie, nous présenterons une nouvelle voie pour la réalisation des dispositifs basée sur les propriétés du matériau magnétique. Nous aborderons ensuite les propriétés des matériaux magnétiques ainsi que celles des composites à bases de nanoparticules magnétiques. Nous présenterons plus particulièrement les propriétés de nanoparticules magnétiques et leurs voies de synthèse.

Pour terminer, nous présenterons l'approche que nous avons choisie dans ce travail pour générer de l'agilité dans des dispositifs méta-lignes. Nous décrivons les techniques de réalisation que nous avons mises en œuvre, puis nous démontrerons tout l'intérêt de notre approche à l'aide de résultats que nous avons obtenus expérimentalement.

1.1 Les métamatériaux

Le terme métamatériau est apparu ces dernières années dans l'univers de la théorie de l'électromagnétisme. Ces méta-matériaux suscitent un intérêt toujours croissant dans plusieurs communautés scientifiques et techniques. Ils possèdent des propriétés électromagnétiques extraordinaires qui sont rarement trouvées dans les matériaux normaux.

Par conséquent, ils ont permis de développer de nouvelles méthodes et des concepts différents pour développer divers circuits micro-ondes et applications. Nous allons commencer par décrire et définir ces métamatériaux.

1.1.1 Définitions

Le terme méta-matériaux désigne dans son ensemble des matériaux composites artificiels qui présentent des propriétés électromagnétiques qu'on ne retrouve pas dans les matériaux naturels [1]. «META» est un préfixe grec signifiant « au-delà » ou «à un niveau supérieur», utilisé comme dans la métaphysique ou la métalogue.

Les méta-matériaux sont des matériaux artificiels ayant des propriétés physiques différentes des matériaux naturels. Ils présentent une structuration très petite devant la longueur d'onde guidée. Ainsi, malgré leur caractère artificiel, ils peuvent se considérer sous certaines conditions comme des matériaux homogènes.

Les propriétés particulières de ces matériaux sont la possibilité d'avoir simultanément une perméabilité et une permittivité négatives.

1.1.2 Historique

La première tentative de recherche sur le concept de matériaux artificiels semble remonter à la fin du 19ème siècle.

- En 1898, J.C. Bose a procédé à la première expérience en microondes en utilisant des fibres synthétiques torsadées pour faire tourner la polarisation des ondes électromagnétiques produites par un liquide comme une solution de sucre [2].
- En 1904-1905, H. Lamb et H.C. Pocklington ont précisé que certains systèmes mécaniques basés sur des chaînes chargées peuvent supporter des ondes avec une opposition entre la vitesse de groupe et la vitesse de phase [3, 4].
- En 1914, Lindman a étudié des milieux artificiels chiraux constitués par un ensemble de petits fils en spirales orientés aléatoirement dans le milieu principal [5].
- En 1944, L.I. Mandelshtam a étudié pour la première fois la réfraction négative [6].
- En 1948, W.E. Kock a réalisé des lentilles diélectriques plus légères par l'arrangement périodique de sphères conductrices, de disques et de rubans dans une matrice et par l'adaptation de l'indice effectif de réfraction du milieu artificiel [7].

- En 1951, Malyuzhinets a présenté des exemples théoriques de lignes artificielles périodiques infinies 1D supportant des ondes « arrières » composées de capacités séries connectées à des inductances en parallèles [8].
- En 1957, Sivukhin a étudié le lien entre la négativité de la perméabilité et de la permittivité avec la réfraction négative[9].
- En 1959, un article publié par Pafomov a traité théoriquement avec plus de détails l'effet Doppler et la radiation de Vavilov Cerenkov dans les milieux à permittivité et perméabilité négatives [10].
- La première spéculation sur l'existence des matériaux à indice de réfraction négatif a été faite par le physicien Russe V.G. Veselago en 1967 [11]. Une année plus tard, il a étudié les propriétés électromagnétiques de ces structures puis développé la théorie de la propagation dans de tels milieux [12].
- En 1996, J.B. Pendry a proposé des films métalliques minces qui montrent la permittivité négative aux fréquences micro-ondes [13]. Trois ans plus tard cet auteur a présenté une nouvelle structure appelée résonateur en anneau fendu (Split Ring Resonator) qui fournit une perméabilité négative [14].
- Smith et Shultz ont effectué la première vérification expérimentale [15] de l'indice de réfraction négatif par la combinaison des deux structures proposées par Pendry [16].

A partir 2000 et jusqu'à aujourd'hui le nombre de journaux et conférences qui traitent ce sujet a augmenté exponentiellement comme le montre la figure 1.1.

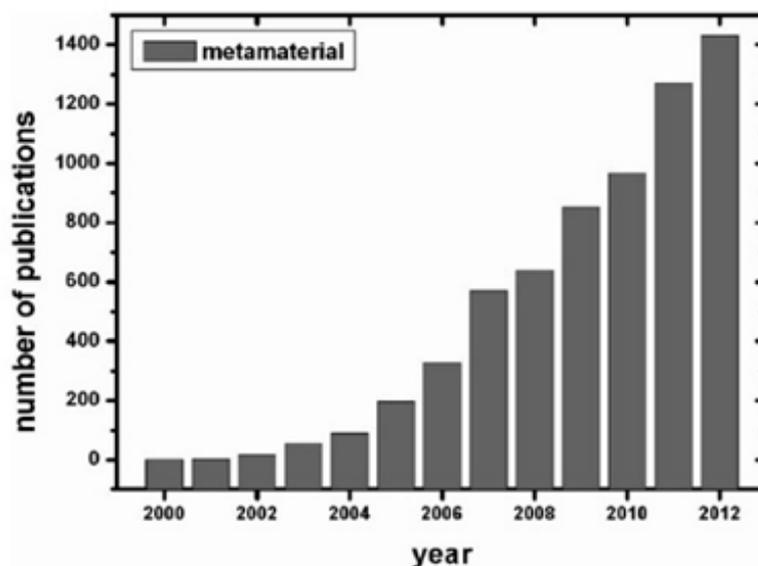


FIGURE 1.1 – Nombre des publications internationales annuelles sur le sujet de méta-matériaux [17]

1.1.3 Classification des matériaux

On peut proposer une classification des matériaux en quatre grandes familles en analysant le signe de la permittivité et de la perméabilité (figure 1.2).

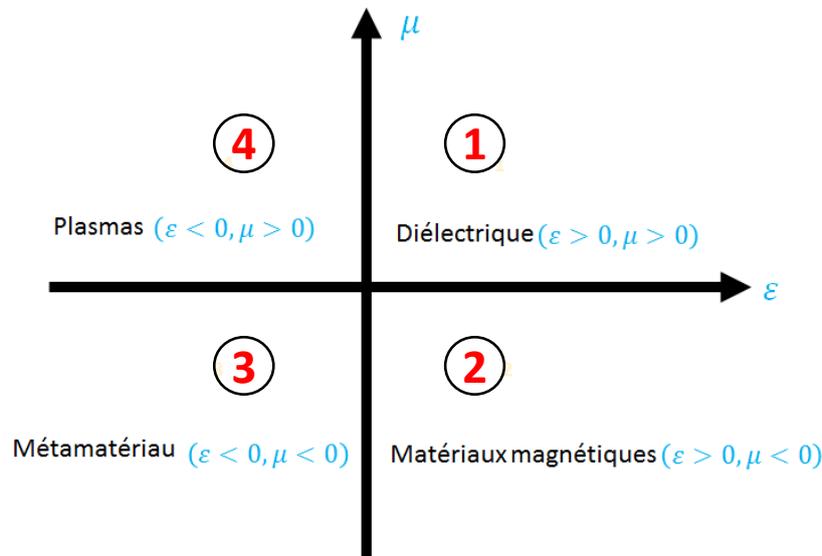


FIGURE 1.2 – Classement des matériaux en fonction du signe de ϵ et μ

les familles 1, 2 et 4 sont connues depuis longtemps dans l'électromagnétisme et peuvent être trouvées dans la nature alors que la configuration 3 est inexistante à l'état naturel. La zone ($\epsilon > 0, \mu > 0$) correspond aux matériaux les plus fréquents comme les matériaux diélectriques. La zone ($\epsilon < 0, \mu > 0$) correspond matériaux plasmas. Les matériaux magnétiques se trouvent à la zone ($\epsilon > 0, \mu < 0$) où la permittivité est positive mais la perméabilité est négative dans la zone de gyrorésonance. La zone ($\epsilon < 0, \mu < 0$) correspond aux structures artificielles comme les méta-matériaux.

1.1.4 Terminologie

Dans la littérature ils existent plusieurs synonymes du terme méta-matériaux [18] qui se résument comme suit :

- Matériaux main gauche (left-handed materials). Ce terme fut proposé par Veselago [11]. Il souligne la propriété fondamentale des métamatériaux (MMT) qui est l'opposition de signe entre la vitesse de phase et la vitesse de groupe.
- Matériaux doublement négatif (double-negative materials). Les signes négatifs de la permittivité et de la perméabilité sont explicitement mentionnés. Ce terme ne peut donc être utilisé hors contexte.
- Matériaux à indice de réfraction négatif (negative refractive index materials). Ce terme décrit très bien les matériaux 2D et 3D. Par contre, il ne peut être utilisé

pour les matériaux 1D car la notion de l'angle de réfraction perd tout son sens.

- Matériaux à onde inverse (backward wave materials). Ce terme souligne une autre propriété mais ne donne pas de réelle information sur la définition d'un métamatériau car les ondes de ce type peuvent être également visibles dans d'autres structures [19].
- Matériaux à vitesse de phase négative (negative phase velocity medium). Ce terme permet de pointer du doigt la nouveauté des MMT : le fait que la phase d'une onde varie à l'inverse d'un matériau classique.

Dans la suite de cette thèse, nous utilisons le plus souvent le terme matériaux main gauche (MMG). En effet, il est très utilisé dans la littérature et permet de bien comprendre de quel type de métamatériaux nous parlons. Dans le paragraphe suivant, nous présentons les différentes propriétés qui découlent de l'indice négatif.

1.1.5 Structures, Propriétés et caractéristiques

Pour illustrer ces métamatériaux, nous présentons les structures qui servent aujourd'hui de référence.

1.1.5.1 Films métalliques minces

La structure avec une permittivité négative se compose d'une matrice carrée de films métalliques parallèles infiniment minces et longs incorporés dans le milieu diélectrique figure 1.3.

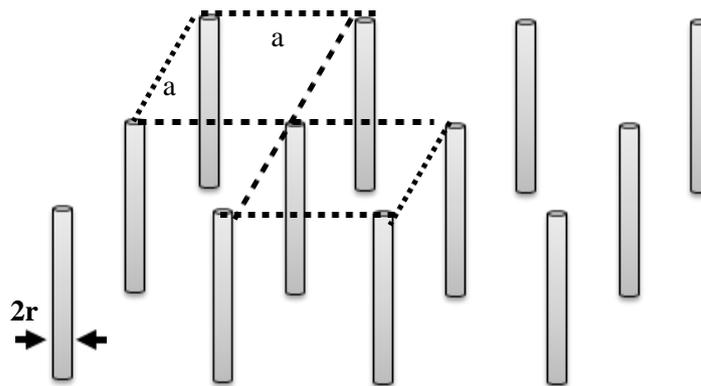


FIGURE 1.3 – *Fils métalliques qui donnent une perméabilité ϵ négative [20]*

Cette figure montre le milieu vide, avec a le côté d'une maille unitaire et $r \ll a$ est le rayon d'un fil simple ; dans ces conditions la fréquence plasma pour le mode longitudinal est donnée par [20] :

$$\omega_p^2 = \frac{2\pi c^2}{a^2 \ln\left(\frac{a}{r}\right)} \quad (1.1)$$

avec c la vitesse de la lumière dans le vide.

La permittivité diélectrique effective est alors décrite par :

$$\varepsilon_{eff} = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega \left[\omega - i(\omega_p^2 \alpha^2 \varepsilon_0) / \sigma \pi r^2 \right]} \approx 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2} \quad (1.2)$$

Ainsi, il est clair que si $\omega \prec \omega_p$, ε_{eff} devient négative

1.1.5.2 Structure Swiss Roll

La structure Swiss Roll [14] est réalisé d'un feuillage métallique dont les enroulements en forme spirale épousent la forme d'un cylindre figure 1.4. Les feuilles des enroulements

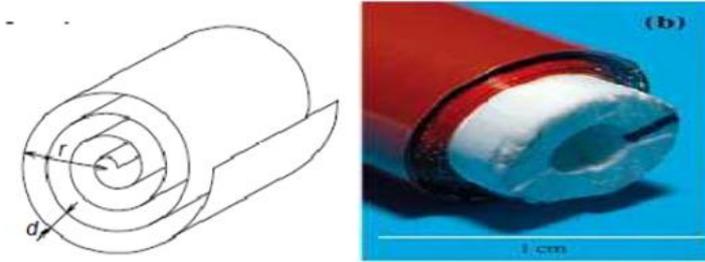


FIGURE 1.4 – Structure Swiss Roll qui donne une perméabilité μ négative [14]

sont séparées par un isolant avec une épaisseur d figure 1.4. Soit N est le nombre d'enroulements et ρ leur résistivité, la perméabilité est donnée par l'équation suivante [14] :

$$\mu_{eff} = 1 - \frac{\frac{\pi r^2}{\alpha^2}}{1 - \left[\frac{d\alpha^2}{2\pi^2 r^3} (N-1) \omega^2 + i \frac{2\sigma}{\mu_0 \omega r (N-1)} \right]} \quad (1.3)$$

On voit ainsi que selon les paramètres, il est possible d'obtenir un $\mu_{eff} \prec 0$

Les structures Swiss roll ont été particulièrement utilisées pour les applications basses fréquences .

1.1.5.3 Résonateur en anneaux fendus

Un résonateur en anneaux fendus (split ring resonator :SRR) figure 1.5 est une structure fortement conductrice dans laquelle la capacité entre les deux anneaux équilibre son inductance [21]. Un champ électromagnétique variable dans le temps est appliqué perpendiculairement aux surfaces des anneaux et induit les courants qui dans la dépendance aux propriétés résonantes de la structure produisent un champ électromagnétique qui peut s'opposer ou augmenter le champ incident, en ayant ainsi pour résultat une perméabilité effective positive ou négative [22]. a étant la longueur de la cellule unitaire, σ_i la

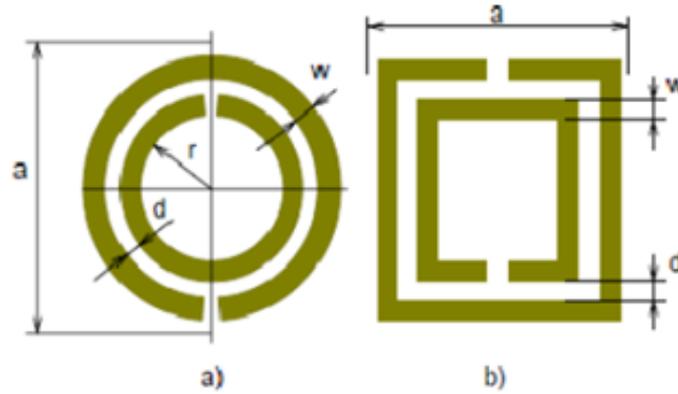


FIGURE 1.5 – Géométries planaires des cellules unitaires d'un SRR ; a) structure circulaire, b) structure carrée [20]

conductivité électrique et ω_r la fréquence de résonance la perméabilité est donnée par [20] :

$$\mu_{eff} = 1 - \frac{\frac{\pi r^2}{a}}{1 + \frac{2\sigma_i}{\mu_0\omega_r} + \frac{3d}{\pi^2\mu_0\omega^2\varepsilon\varepsilon_0 r^3}} \quad (1.4)$$

1.1.5.4 Le CSRR

La plupart des métamatériaux proposés sont fabriqués à bases de résonateurs à anneaux fendus (SRR) ou à base de géométries similaires pour avoir une perméabilité effective négative dans certaine gamme de fréquence. Le concept des CSRR est basé sur le principe de Babinet [23]. Il s'agit en fait de la version "négative" du SRR. Le motif est en effet réalisé en faisant des fentes sur un plan de masse. Le résonateur complémentaire à anneaux fendus (CSRR) est présenté figure 1.6.

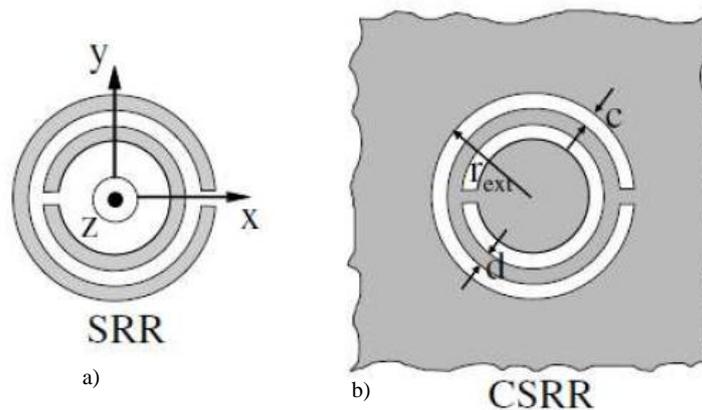


FIGURE 1.6 – Géométries de SRR (a) et de CSRR (b) [23]

1.1.5.5 Réfraction négative

Si les valeurs de la perméabilité et de la permittivité sont simultanément négatives, alors l'indice de réfraction est négatif. La valeur de l'angle des ondes incidente et réfracté par rapport à la normale à l'interface étant reliée par la loi de Snell Descartes :

$$\frac{\sin \theta_i}{\sin \theta_r} = \frac{n_2}{n_1} < 0 \quad (1.5)$$

Le rayon réfracté est dévié symétriquement au cas classique.

1.1.5.6 Vecteur de Poynting

Dans le cas des ondes électromagnétiques l'équation d'onde peut s'écrire [12] :

$$\left(\nabla^2 - \frac{n^2}{c^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} \right) \Psi = 0 \quad (1.6)$$

Où n l'indice de réfraction relatif et c est la vitesse de la lumière et Ψ représente le champ électromagnétique. L'indice n_r est donnée par :

$$n_r^2/c^2 = \epsilon\mu = \epsilon_0\mu_0\epsilon_r\mu_r \quad (1.7)$$

Le signe moins pour la perméabilité et la permittivité en même temps ne change pas l'expression classique de l'indice de réfraction. Toutefois l'électrodynamique de tels milieux diffère de celle des milieux traditionnels.

Ainsi, pour une onde plane dans un milieu classique on peut écrire de façon classique :

$$\mathbf{k} \times \mathbf{E} = -\omega\mu\mathbf{H} \quad (1.8)$$

$$\mathbf{k} \times \mathbf{H} = \omega\epsilon\mathbf{E} \quad (1.9)$$

On retrouve ainsi, pour une permittivité et une perméabilité positives, le fait que le trièdre formé par les vecteurs \mathbf{E} , \mathbf{H} et \mathbf{k} est direct. Cependant si ϵ et μ sont négatives simultanément, les équations peuvent être réécrites comme suit :

$$\mathbf{k} \times \mathbf{E} = -\omega|\mu|\mathbf{H} \quad (1.10)$$

$$\mathbf{k} \times \mathbf{H} = \omega|\epsilon|\mathbf{E} \quad (1.11)$$

Dans ce cas les trois vecteurs (\mathbf{E} , \mathbf{H} et \mathbf{k}) forment un trièdre indirect comme le présente la figure 1.7. le fait que le trièdre peut être considéré comme direct si on le représente sur sa main gauche, cette situation a été communément appelée "Propagation main gauche".

Le flux d'énergie est déterminé par la partie réelle du vecteur de Poynting :

$$\vec{S} = \frac{1}{2} \vec{E} \times \vec{H} \quad (1.12)$$

On notera également que, la direction du flux d'énergie moyenne (déterminé par la partie réelle du vecteur de Poynting) n'est pas affectée par le changement de signe de la perméabilité et de la permittivité simultanément. Ainsi les vecteurs (\vec{E} , \vec{H} et \vec{S}) forment un trièdre direct dans les milieux main gauche et seule la phase est inversée. Ceci implique que les matériaux main gauche respectent le principe de causalité. Pour les structures passives la vitesse de groupe est toujours positive dans les bandes de propagation tandis que la vitesse de phase peut prendre une valeur négative ou positive.

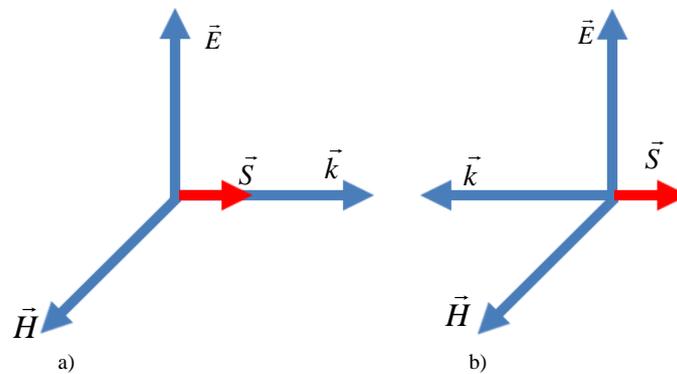


FIGURE 1.7 – *Système de vecteurs \vec{E} , \vec{H} , \vec{k} et \vec{S} pour une onde plane dans le milieu ordinaire (a) et dans le milieu main gauche (b)*

1.1.6 Domaines d'applications

Les domaines d'applications des métamatériaux sont nombreux [24]. Nous allons balayer certains de ces domaines pour montrer les fortes particularités de l'approche métamatériaux.

1.1.6.1 Intérêt pour les technologies des télécommunications

Grâce à la possibilité de mieux contrôler et de mieux maîtriser la propagation des ondes EM dans les structures, les métamatériaux sont envisagés comme réels candidats pour les applications microondes. Ces progrès les plus importants ont été réalisés dans le domaine des antennes et les industriels se sont emparés du concept et proposent déjà des produits utilisant les méta-matériaux [24]. On peut citer par exemple :

- **Rayspan corporation (www.rayspan.com.technology)** : Qui a développé un réseau d'antennes MIMO pour les applications du WiMax. Rayspan a montré la

possibilité de réaliser des antennes espacées de moins de $\lambda/16$ avec un minimum de cross-couplage et des longueurs d'antennes inférieur à $\lambda/10$, des performances multi-trajets et une facilité d'implantation robuste et à moindre coût ;

- **La société Netgear Inc (www.netgear.com)** : fournit des systèmes sans fils qui utilisent la technologie d'antennes métamatériaux développée par Rayspan (produit Netgear WNDR3300) ;
- **L'industrie japonaise** : intéressée par l'implantation des métamatériaux dans des antennes en bande W comme capteurs pour les systèmes de sécurité avant crash pour le contrôle adaptatif dans les automobiles.
- **Les métamatériaux** : sont également proposés comme composants et sous-systèmes dans des circuits microondes comme des filtres, des modulateurs et des lignes à retard.

1.1.6.2 Spatial

Les systèmes de communication par satellite sont demandeurs de composants à taille réduite. Les métamatériaux peuvent fournir des possibilités avec des systèmes d'antennes miniaturisées avec des fonctionnalités augmentées et une réduction de coûts de fabrication. D'ores et déjà, des prototypes utilisant des EBG (Electromagnetic band gap), existent et ont été utilisés. Mais leurs dimensions restent du même ordre de grandeur que les systèmes conventionnels. Les métamatériaux devraient apporter des améliorations dans ce domaine [24].

1.1.6.3 Défense

Les métamatériaux doivent permettre de dépasser d'une certaine manière les limites inhérentes aux composants RF et microondes classiques qui sont pilotés par la longueur d'onde d'opération qui déterminent directement les dimensions de ceux-ci. Des études sont en cours dans le monde pour définir de nouveaux matériaux absorbants utilisant les métamatériaux [24]. L'espoir réside essentiellement dans la réalisation de matériaux d'épaisseurs plus faibles en utilisant les différentes formes des SHI (surface à Haute Impédance) ou les matériaux magnétiques artificiels. Un certain nombre de chercheurs se focalise même sur une «cape d'invisibilité».

1.1.6.4 Nanotechnologies

La réalisation de métamatériaux aux fréquences du visible sert dans une grande gamme d'applications de l'optique comme par exemple les systèmes d'imagerie à très haute résolution. Dans l'avenir, il s'agit de convertir les systèmes d'imagerie (la lecture) en systèmes d'écriture par utilisation de composants photoniques et électroniques à plus haute den-

sité. Avec le développement des sources large bande THz d'intensité modérée, les signaux térahertz deviennent accessibles pour de nombreuses applications tels que la physique de la matière condensée au biomédical, les techniques de fabrication et autres. Cependant comme beaucoup de matériaux sont transparents aux signaux THz les composants nécessaires pour utiliser les THz n'existent pas ou ont des possibilités limitées (lentilles, filtres modulateurs, détecteurs). Les technologies micro photoniques et nanoélectroniques devraient pouvoir apporter des solutions. Plusieurs propriétés de métamatériaux répondent assez bien à ces exigences. Ils peuvent fonctionner jusqu'aux THz favorisant un couplage efficace entre les ondes THz et les structures à l'échelle réduite (très inférieures aux longueurs d'ondes : nano à microstructures). Par ailleurs, les métamatériaux peuvent être définis comme des méta-surfaces dont la géométrie contrôle la propagation des ondes de surfaces [25].

1.1.6.5 Avantages et inconvénients

On peut résumer aujourd'hui les avantages de l'utilisation des métamatériaux selon les différents points :

- **La miniaturisation de composants** : Composants physiquement petits mais électriquement grands par exemple les antennes de taille réduite au moins ayant des performances égales ou meilleures que les antennes conventionnelles, ce qui conduit à des réductions remarquables ;
- **Un meilleur contrôle des paramètres** : Paramètres de circuits d'adaptation large bande, des composants de déphasage et lignes de transmission préservant une linéarité de phase sur toute la bande de fonctionnement, ce qui correspond au 5 à 10 fois mieux que dans les composants conventionnels ;
- **Une opération multi-bande** : Par exemple les Composants multi-bandes dont les fréquences de fonctionnement peuvent être façonnées pour des applications spécifiques et ne sont pas limitées aux seules fréquences harmoniques multiples ;
- **Une utilisation dans tous les domaines** : Les composants passifs (substrats, super-substrats ou milieux intégrables) et les composants actifs avec des possibilités de changement et de déplacement de la fréquence de fonctionnement et de la phase de l'onde transmise ou réfléchi (matériaux accordables) ;

Même si les métamatériaux offrent des possibilités nombreuses, il reste encore de nombreux inconvénients à surmonter :

- Pertes
- Technologies de fabrication complexe

Ce qu'on peut récapituler dans cette première partie du chapitre, c'est que les métamatériaux ont un rôle très important à jouer dans les nouvelles technologies surtout le domaine des télécommunications. Pour bien éclaircir, nous allons exposer dans la partie

suivante de ce chapitre les différentes approches utilisées pour la réalisation de ces circuits de télécommunications.

1.2 Les métalignes

Les métalignes ou lignes métamatériaux constituent une famille particulière des métamatériaux. Ce sont des structures particulières par rapport aux lignes de transmissions classiques. Dans cette deuxième partie du chapitre, nous présentons les concepts métamatériaux liés à la théorie des lignes de transmission. Nous passons notamment en revue les différentes approches méta-lignes et les implémentations existantes dans la littérature. C'est dans ce contexte particulier que se place notre travail de thèse.

1.2.1 Théorie des lignes de transmissions

1.2.1.1 Ligne classique

La ligne de transmission usuelle est appelée également ligne main droite (Right Handed Line). Une ligne de transmission est modélisée classiquement par un circuit électrique périodique de type inductance en série avec une résistance qui modélise les pertes ohmiques et une capacité parallèle avec une conductance qui représente les pertes diélectriques figure 1.8.

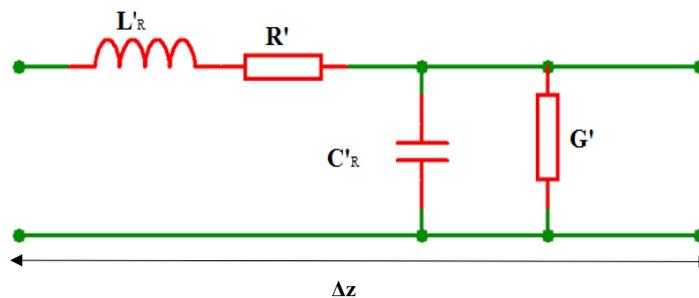


FIGURE 1.8 – Modèle d'un tronçon d'une ligne classique (main droite)

La longueur du tronçon unitaire Δz , est considérée comme finie mais très petite devant la longueur d'onde guidée. Quand les pertes sont faibles, les valeurs de la résistance et de la conductance sont négligées. Dans ce cas les grandeurs élémentaires (constante de propagation γ , impédance caractéristique Z_C , vitesse de phase V_φ et vitesse de groupe V_g de la ligne) sont données par les équations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \gamma = j\beta = j\omega\sqrt{L'_R C'_R} \\ Z_C = \sqrt{\frac{L'_R}{C'_R}} \\ V_\varphi = \frac{\omega}{\beta} = \frac{1}{\sqrt{L'_R C'_R}} \\ V_g = \frac{1}{\sqrt{L'_R C'_R}} \end{array} \right. \quad (1.13)$$

Dans ce type de ligne, on remarque que la vitesse de phase et la vitesse de groupe sont identiques en grandeur et en signe, on parle alors de propagation de type main droite (cf paragraphe 1.1.5.6).

1.2.1.2 Ligne main gauche

La ligne main gauche (Left Handed Line) n'existe pas de façon simple, il faut utiliser les principes métamatériaux pour recréer artificiellement un dispositif équivalent à une ligne de transmission mais différent par ses propriétés. On parle ainsi de métaligne ou de ligne métamatériaux. Cette ligne est connue essentiellement comme le modèle dual du modèle circuit de la ligne de transmission classique. Cette structure fait partie de la catégorie des structures main gauche non résonantes. Le modèle électrique sans pertes est réalisé avec une inductance en série et un condensateur en parallèle figure 1.9. Cette structure main gauche n'utilise pas des résonateurs pour créer artificiellement des permittivités et ou perméabilités négatives. Elle a l'avantage d'obtenir facilement ses caractéristiques fondamentales en utilisant la théorie élémentaire de la ligne de transmission.

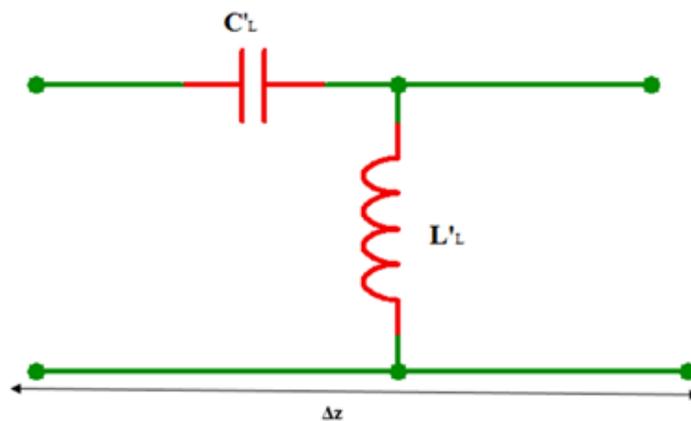


FIGURE 1.9 – Modèle d'un tronçon d'une ligne main gauche

Les caractéristiques fondamentales de ce modèle sont issues des équations suivantes :

$$\begin{cases} \gamma = j\beta = -j \frac{1}{\omega \sqrt{L'_L C'_L}} \\ Z_C = \sqrt{\frac{L'_L}{C'_L}} \\ V_\varphi = -\omega^2 \sqrt{L'_L C'_L} \\ V_g = +\omega^2 \sqrt{L'_L C'_L} \end{cases} \quad (1.14)$$

On remarque que la vitesse de groupe et la vitesse de phase sont de signes opposés, ce qui fait que cette ligne de transmission peut supporter des ondes de type main gauche.

1.2.1.3 Lignes combinées main droite/gauche

Le concept ligne composite main droite/gauche (CRLH TL) a été introduit par Caloz [26]. Il résulte du fait qu'il est impossible d'éviter les phénomènes de propagation classique (main droite) et donc de fabriquer une ligne purement main gauche.

La figure 1.10 indique le modèle circuit d'un tronçon de ligne CRLH avec pertes. Cette ligne est le cas réel de la propagation combinée.

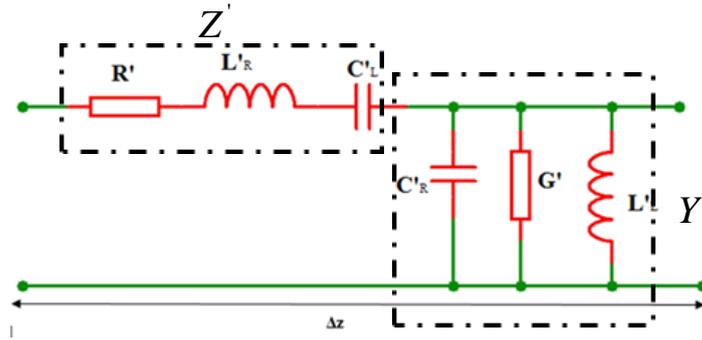


FIGURE 1.10 – Modèle d'un tronçon avec pertes d'une ligne combinée

L'impédance Z' et l'admittance Y' linéiques sont données par les équations suivantes :

$$\begin{cases} Z' = R' + j \left(L'_R \omega - \frac{1}{C'_L \omega} \right) \\ Y' = G' + j \left(C'_R \omega - \frac{1}{L'_L \omega} \right) \end{cases} \quad (1.15)$$

Si on pose :

$$\begin{cases} X' = L'_R \omega - \frac{1}{C'_L \omega} \\ A' = C'_R \omega - \frac{1}{L'_L \omega} \end{cases} \quad (1.16)$$

La constante de propagation complexe γ et l'impédance caractéristique Z_C sont données par les équations suivantes :

$$\begin{cases} \gamma = \alpha + j\beta = \sqrt{Z'Y'} = \sqrt{(R'G' - X'A') + j(R'A' + X'G')} \\ Z_C = \sqrt{\frac{Z'}{Y'}} = \sqrt{\frac{R' + jX'}{G' + jA'}} \end{cases} \quad (1.17)$$

En basses fréquences, on peut négliger les termes qui dépendent de L'_R et C'_R . Dans ce cas la constante de propagation tend vers une valeur γ_L qui correspond à une propagation purement main gauche avec pertes et qui est donnée par la relation suivante :

$$\gamma_L = -j \sqrt{\frac{(1 - R'G') \left(\frac{\omega}{\omega_L} \right)^2 + j\omega (C'_L R' - L'_L G')}{\left(\frac{\omega}{\omega_L} \right)}} = \alpha_L + j\beta_L \quad (1.18)$$

avec

$$\omega_L = \frac{1}{\sqrt{L'_L C'_L}} \quad (1.19)$$

Hypothèse : En pratique, les structures microondes à basses fréquences ont des pertes ohmiques et diélectriques relativement faibles. Ainsi la constante de propagation γ_L se simplifie sous la forme :

$$\gamma_L = -j \frac{1}{(\omega/\omega_L)} \left[1 + \frac{j}{2} (C'_L R' - L'_L G') \right] \quad (1.20)$$

Selon la racine carrée, la constante γ_L peut être purement réelle ou purement imaginaire. La fonction signe $S(\omega)$ est donnée par :

$$S(\omega) = \begin{cases} -1 & \text{si } \omega \prec (\omega_s, \omega_p) \\ +1 & \text{si } \omega \succ (\omega_s, \omega_p) \end{cases} \quad (1.21)$$

La figure 1.11 montre la dispersion-atténuation de la ligne purement main droite (PMD), de la ligne purement main gauche (PMG) et de la ligne composite main droite/gauche (CMDG) pour une propagation d'énergie selon la direction de z positif. Le diagramme de dispersion-atténuation pour les trois types de propagation d'une ligne non équilibrée figure 1.12

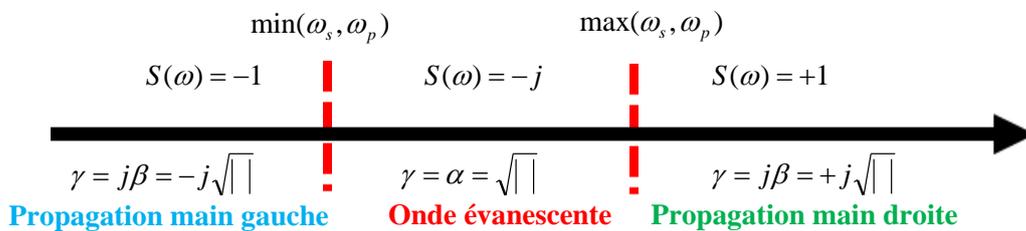


FIGURE 1.11 – Les différents intervalles de propagation

- En basse fréquence la courbe de la ligne CRLH tend vers la courbe de la ligne purement main gauche (LH : Left Handed)
- En haute fréquence la courbe de la ligne CRLH tend vers la courbe de la ligne purement main droite (RH : Right Handed)

Il existe un gap entre les deux fréquences (série et parallèle) figure 1.12 de résonances qui découle de la différence de ces dernières (ω_s, ω_p).

Quand il y a différence entre ces deux fréquences de résonance on parle de « ligne non équilibrée ». Si elles sont égales on dit que la « ligne est équilibrée » et le gap disparaît figure 1.13. Cette figure 1.13 montre les courbes de dispersion où les indices 0, 1, 2 représentent respectivement les cas des lignes sans pertes, à faibles pertes et fortes pertes.

La ligne PMG à faibles pertes a le même facteur d'atténuation que la ligne main droite et même constante de propagation que la ligne PMG sans pertes. C'est-à-dire que le

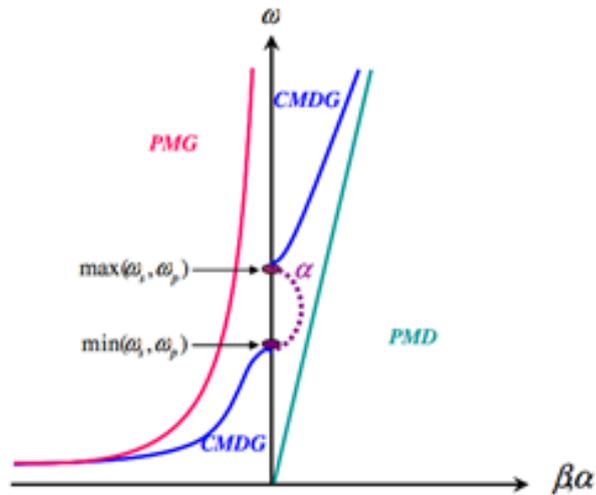


FIGURE 1.12 – Diagramme de dispersion-atténuation pour les trois types de propagation

mécanisme de pertes est le même dans une ligne main gauche et que dans une ligne classique (main droite).

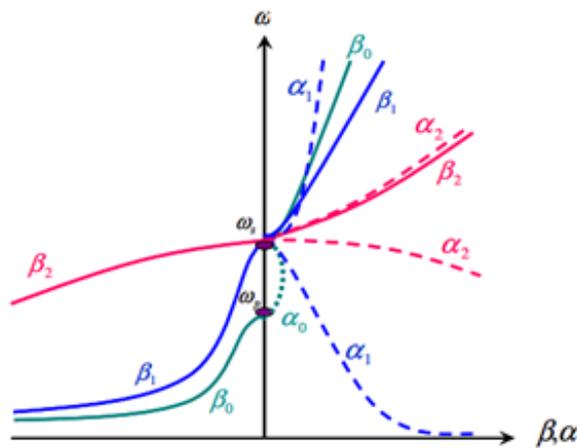


FIGURE 1.13 – Diagramme de dispersion-atténuation pour les trois types de propagation selon le niveau de pertes

1.2.2 Réalisation de lignes métamatériaux

Différentes approches ont été utilisées dans la littérature pour réaliser des méta-lignes.

1.2.2.1 Approche par éléments localisés en microstrip

La ligne de transmission en structure CRLH homogène n'existe pas dans la nature mais elle peut être construite en cascade un certain nombre de cellules unitaires de CRLH. La cellule unitaire peut être réalisée en employant les composants mis en cascade mais dans ce cas seulement un ensemble limité de valeurs d'éléments est disponible. La première cellule

unitaire CRLH de ce type a été proposée par Caloz et Itoh [27] figure 1.14. Elle se compose d'une capacité interdigitée représentée par C_L et d'un stub représenté par L_L . La capacité C_R existe toujours en raison de la capacité de la ligne micro-ruban centrale et l'inductance L_R est provoquée par le flux magnétique produit par l'écoulement du courant dans les doigts du condensateur interdigité. La structure de ligne méta-matériau en configuration

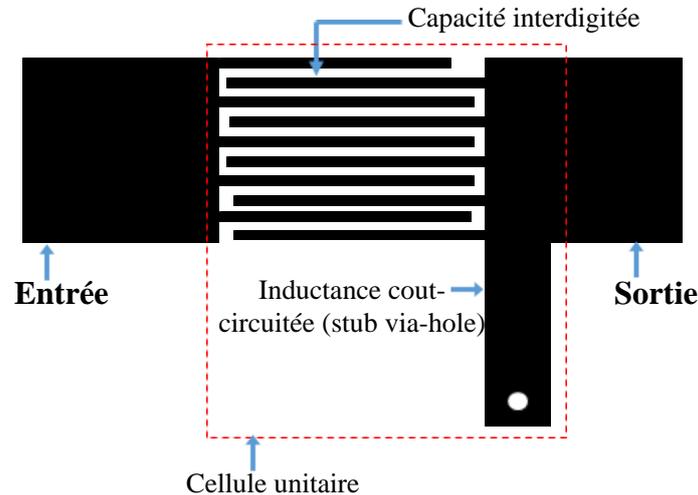


FIGURE 1.14 – Unité cellulaire utilisée pour la réalisation d'une ligne de transmission CRLH [27]

micro-ruban a été utilisée pour différentes applications par exemple les résonateurs [28] et les antennes [29] et dans différentes bandes de fréquence. Les valeurs des éléments du circuit équivalent de la cellule élémentaire ont été calculés par une approche précise basée sur l'extraction de paramètres à partir de la simulation et de la mesure [30]. Le prototype de la méta-ligne en configuration micro-ruban est présenté à la figure 1.15.

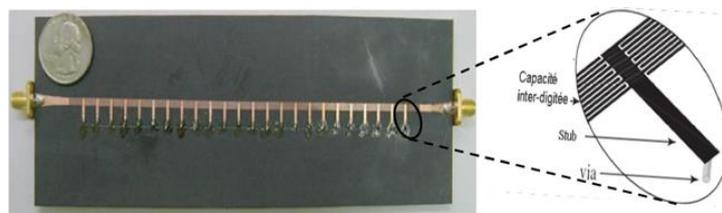


FIGURE 1.15 – Vue de dessus du prototype de la ligne micro-ruban composite réalisée avec vingt-quatre cellules élémentaires [31]

1.2.2.2 Approche circuit résonant

Dans cette approche, on va rajouter à une ligne classique des éléments, des motifs qui vont générer des effets méta dans leur zone fréquentielle de résonance. Le comportement main gauche s'obtient par la combinaison de deux motifs particuliers dans une cellule unitaire (figure 1.16). C'est-à-dire l'une fournit la permittivité négative et l'autre la

perméabilité négative. Cette approche est basée initialement sur l'utilisation des SRR et permet d'obtenir des propriétés de filtrage. Quand les SRR sont orientés correctement, ils peuvent empêcher la propagation du signal et rejeter une bande de fréquence à proximité de sa résonance quasi statique du SRR [32]. Pour obtenir un comportement main gauche complet, il faut compléter l'effet magnétique du SRR par une capacité série. Ceci est réalisé en gravant périodiquement sur le côté supérieur des fentes capacitatives dans la ligne micro-ruban centrale. Une ligne résonante main gauche avec trois cellules unitaires est décrite sur la figure 1.16 b). Même si la structure est plus complexe, on retrouve bien des alternances périodiques de capacités séries et parallèles et d'inductances séries et parallèles. Dans le cas de cette structure, L_r et C_r sont respectivement l'inductance et capacité du circuit de CSRR ; L est l'inductance de la ligne micro-ruban ; C_g est la capacité qui représente le gap et C_c la capacité qui représente le couplage entre le CSRR et la ligne micro-ruban.

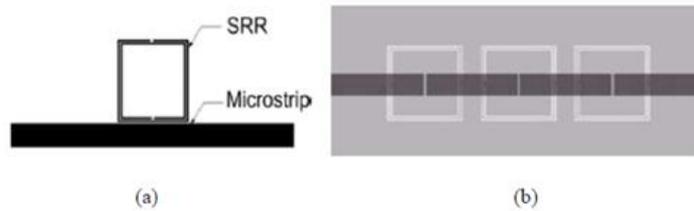


FIGURE 1.16 – Prototype pour avoir un comportement main gauche pour l'approche circuit résonant [33] : a) Cellule unitaire, b) Vue en coupe de trois cellules

Cette structure se comporte comme un filtre passe bande. Le circuit équivalent d'une cellule unitaire de la structure précédente 1.16 est indiqué sur la figure 1.17.

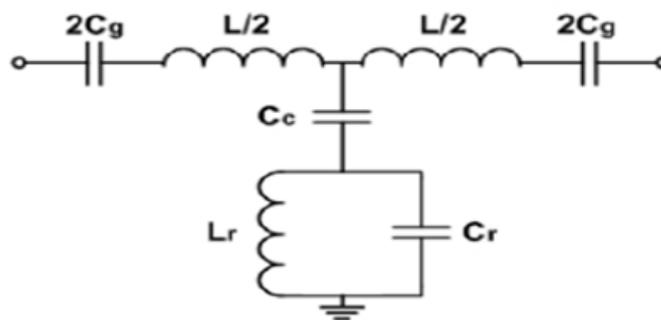


FIGURE 1.17 – Circuit équivalent d'une cellule unitaire

1.2.2.3 Approche hybride

L'approche hybride a été obtenue par la combinaison de deux approches : SRR et CSRR d'un côté et le gap capacitif et le stub parallèle de l'autre côté. Généralement, les SRR et les gaps donnent la perméabilité négative alors que les CSRR et le stub

parallèle donnent la permittivité négative. Les cellules unitaires présentées sur la figure 1.18 combinent les stubs parallèles et les CSRR et ont été utilisées pour la réalisation de filtres ultra-large bande [34].

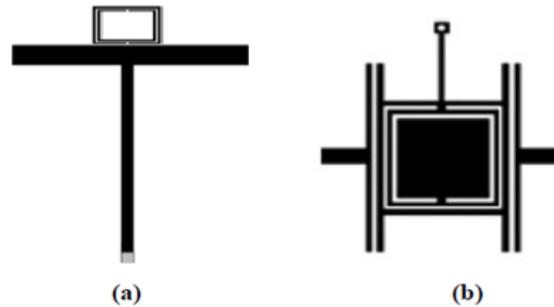


FIGURE 1.18 – Exemple des cellules hybrides [34] : a) structure simple, b) structure complexe

Le schéma électrique de la structure de la figure 1.18 a) est donné pour exemple sur la figure 1.19. Là encore même si le schéma équivalent est complexe on retrouve une alternance de capacités et inductances séries et parallèles qui vont permettre d'obtenir les différentes bandes de fonction plus des méta-lignes.

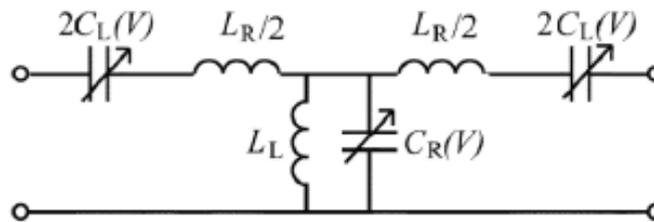


FIGURE 1.19 – Exemple d'un circuit équivalent d'une approche hybride

1.2.3 Implémentations planaires

Les propriétés et caractéristiques de ces métalignes de type CRLH ont été utilisées pour réaliser des dispositifs Hyperfréquences en plusieurs technologies. Dans cette sous section, nous présentons quelques prototypes réalisés en structure CRLH puis en structure coplanaire en configuration micro-ruban.

1.2.3.1 Implémentations micro-ruban

Le coupleur directionnel asymétrique quasi-0dB figure 1.20 (a) est composé d'une ligne de transmission micro-ruban classique et d'une ligne de transmission CRLH. L'idée est de réaliser un coupleur original capable d'atteindre n'importe quel niveau de couplage

arbitraire dans une large bande de fréquence. Un autre coupleur directionnel CRLH à ondes inversées et avec un niveau de couplage arbitraire et large bande est présentée sur la figure 1.20 (b). Le coupleur est unique en termes de performance et de principe de fonctionnement. Il est composé de deux lignes de transmission micro-ruban composite main droite/gauche dont le principe de fonctionnement est expliqué par l'analyse de mode pair/impair.

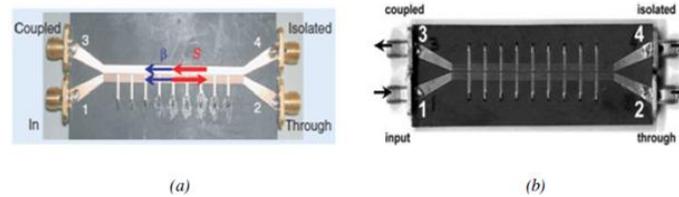


FIGURE 1.20 – *Prototypes de coupleurs. (a) : coupleur CRLH asymétrique de neuf cellules de base [35], (b) : coupleur CRLH asymétrique à ondes inversées [36]*

Les métamatériaux ont aussi été utilisés pour améliorer le fonctionnement des antennes grâce à leurs propriétés particulières. Parmi ces propriétés originales et uniques, il y a le point particulier de l'indice nul, où pour une fréquence donnée la propagation peut exister avec une longueur d'onde infinie. Cet effet a été utilisé pour la réalisation d'une antenne à résonance d'ordre zéro, prototype présenté à la figure 1.21 (a) en configuration micro-ruban. La configuration en anneau des structures CRLH a été utilisée pour sa part pour réalisation d'une antenne multi polarisation (linéaire-circulaire) figure 1.21 (b).

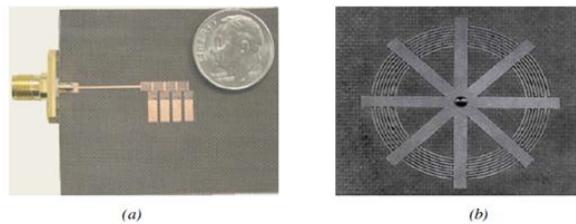


FIGURE 1.21 – *Prototypes d'antennes. (a) : antenne CMDG à résonance d'ordre zéro [30], (b) : antenne résonante en micro ruban CMDG en boucle [29]*

1.2.3.2 Implémentations coplanaire

La ligne de transmission en configuration coplanaire inventée en 1969 par Wen [37], présente plusieurs avantages tels que la simplicité de fabrication, la simplicité de connexion des éléments en série ou en parallèle, un faible rayonnement et une faible dispersion. C'est pourquoi les chercheurs se sont aussi intéressés à l'étude et la réalisation de lignes coplanaire métamatériaux. La figure 1.22 (a) illustre le prototype d'une ligne métamatériau coplanaire de longueur infinie et 1.22 (b) indique sa réponse en fréquence.

La réponse en fréquence montre deux bandes de transmission séparées figure 1.22 (b). La

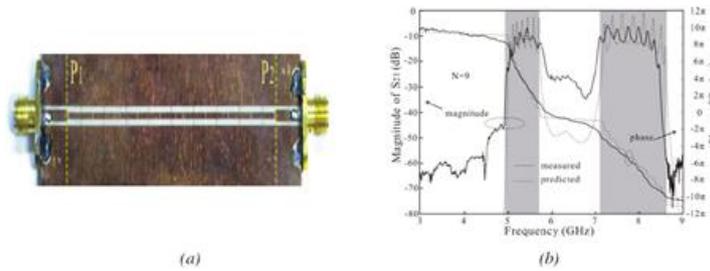


FIGURE 1.22 – (a) Prototypes d'une ligne métamatériau coplanaire, (b) sa réponse en fréquence [38]

première bande passante est appelée propagation de nature main gauche où il y a une avance de phase. Et la deuxième bande montre la propagation classique où l'effet main droite est marqué par un retard de phase. Ces deux bandes passantes sont séparées par un gap (ou bande coupée) qui correspond à la propagation non équilibrée. La figure 1.27 montre un autre prototype d'une ligne coplanaire qui transmet une onde inversée.

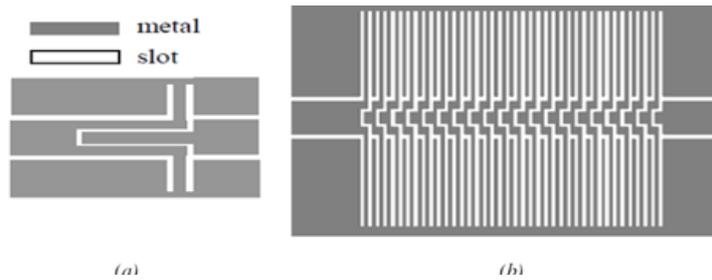


FIGURE 1.23 – (a) : Cellule élémentaire. (b) : layout final du MG CPW [39]

Diverses cellules élémentaires CRLH en configuration coplanaire ont été utilisées pour réaliser des dispositifs hyperfréquences. On peut citer par exemple des filtres [40],[41], des coupleurs [42], des antennes résonantes à métamatériaux [43] et aussi diverses applications antennaires [44]. Il existe également des structures planaires CRLH de type résonant réalisées par combinaison de SRR avec des inductances parallèles en technologie coplanaire [45], ou par combinaison de SRR avec des capacités séries en technologie micro-ruban [46]. En technologie guidée, le passage vers un métamatériau à deux dimensions [47] et même à trois dimensions a été étudié et réalisé pour quelques applications [48],[49].

Depuis quelques années, les structures artificielles connues sous le nom de métamatériaux engendrent de nombreuses applications de par le monde. Les applications les plus avancées dans le domaine des hyperfréquences aujourd'hui se trouvent dans le domaine des antennes avec comme débouché important les télécommunications et surtout les télécommunications nomades. Un des principes majeurs des métamatériaux réside dans l'idée de structurer artificiellement la matière pour obtenir des propriétés nouvelles ou spécifiques. Cette idée a été appliquée dans le domaine des lignes de propagation ; on parle alors de méta-lignes.

1.3 Dispositifs agiles en fréquence

Un des enjeux des télécommunications futures est l'agilité en fréquence qui va dans le sens de la reconfigurabilité des fonctions réalisées. Pour cela différentes possibilités ont été envisagées : Commande mécanique de type MEMS, à l'aide d'éléments actifs, par l'intermédiaire d'un film ferroélectrique, etc. Dans les exemples précédents, on voit qu'il est possible de travailler les propriétés des structures pour avoir plusieurs bandes de fonctionnement.

1.3.1 Approche commande mécanique de type MEMS

C'est une approche qui consiste à commander dynamiquement les propriétés de la ligne CRLH et à modifier la valeur d'un ou plusieurs composants de la cellule de base. Les auteurs ont mis en place un condensateur en série réalisée grâce à la technologie MEMS (Microelectromechanical systems) dans la conception de la cellule élémentaire proposée par [50]. En conséquence, le diagramme de dispersion peut être contrôlé au moyen d'un dispositif MEMS piloté par une tension de commande (figure 1.24). Cette approche a également été proposée pour une méta-ligne de type résonant.

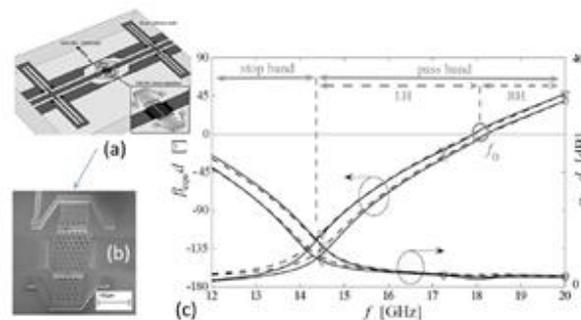


FIGURE 1.24 – Ligne de transmission CRLH proposée par [50]. (a) Cellule unitaire de la méta-ligne avec une capacité série pour la commande de type MEMS, (b) Zoom sur la capacité, (c) Résultats de mesure : l'axe à gauche est la constante de phase en degrés et l'axe à droite est la constante d'atténuation en dB

1.3.2 Approche par éléments actifs

Celle-ci consiste à utiliser des composants actifs dans la cellule unitaire. Par exemple, les études présentées dans [51] ont proposé d'accorder une méta-ligne à résonance à l'aide de diodes. La ligne de signal est fendue pour créer la capacité série nécessaire (figure 1.25 (a)). Dans cette application, la particule de résonance est de type CSRR (version négative de SRR car elle est gravée dans le plan de masse (figure 1.25 (b)). Selon la tension

appliquée sur la diode varactor, la réponse du circuit se déplace en fréquence (figure 1.25 (c)).

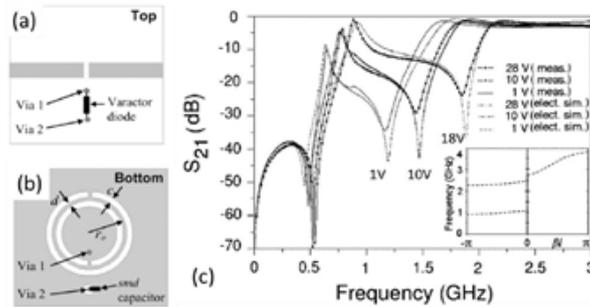


FIGURE 1.25 – *Commande par éléments actifs (variation de la capacité) : (a) vue de dessus de la ligne, (b) vue de dessous du dispositif, (c) coefficient de transmission en dB en fonction de la fréquence de résonance et pour différentes valeurs de tensions appliquées sur le varactor [51]*

1.3.3 Approche par film ferroélectrique

Les films minces ferroélectriques ont été utilisés pour obtenir de l'agilité sur des méta-lignes [52]. Les auteurs ont mis en évidence cette agilité sur les fréquences de fonctionnement et les propriétés symétriques de la méta-ligne CRLH. Le prototype est réalisé en technologie coplanaire (figure 1.26 (a)) sur un film mince ferroélectrique déposé sur un substrat de saphir. La capacité série est obtenue grâce à un condensateur inter-digité gravé dans la ligne de signal. L'inductance parallèle est obtenue par un stub parallèle court-circuité (figure 1.26 (b)). La ligne est gravée sur une couche mince ferroélectrique. Les encarts montrent les capacités interdigitées. Les connecteurs qui appliquent un champ pour polariser le film ferroélectrique sont apparents au-dessus de la ligne. Cette approche consiste à modifier les propriétés électriques du matériau et donc les valeurs des capacités.

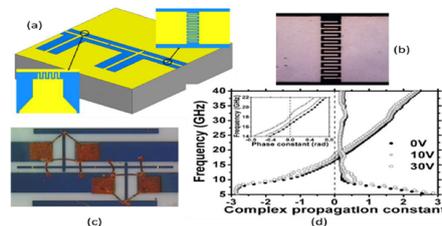


FIGURE 1.26 – *Ligne de transmission CRLH équilibrée rendue agile par film ferroélectrique. (a) Conception de la méta-ligne à droite et capacité série est à gauche : la capacité parallèle additionnelle pour obtenir des conditions équilibrées, (b) photos de la capacité série prise par microscope, (c) prototype avec deux cellules unitaires, (d) Résultats de mesure pour trois valeurs de tensions appliquées*

Les approches par commande de type MEMS, par éléments actifs et par film ferroélectrique ont été détaillées dans [53].

1.3.4 Approche matériaux magnétiques massifs

L'étude s'intéresse à des lignes et des résonateurs coplanaires de type métamatériaux et à la possibilité de rendre leurs réponses agiles en fréquence en utilisant du ferrite massif YIG (Grenat de fer et d'Yttrium) [54]. Pour cela, il a été rajouté une couche complète de YIG entre le diélectrique et le métal. Les dispositifs comportent trois couches : Un substrat d'alumine, une couche de YIG et au-dessus le conducteur (cuivre). Ces dispositifs ont été réalisés à partir d'une cellule de base coplanaire CRLH. Cette cellule a été modélisée et réalisée dans [55]. La figure 1.27 a) montre le masque de la cellule ; les parties noires sont métalliques et les blanches sont diélectriques. La cellule unitaire se compose d'une capacité inter-digitée coplanaire en série et deux stubs court-circuités avec les plans de masse en parallèle. Le circuit électrique simplifié équivalent de la cellule élémentaire est présenté sur la figure 1.27 b) ; la cellule étant symétrique seule la moitié est représentée. Le schéma électrique équivalent est représenté sur la figure 1.27 c).

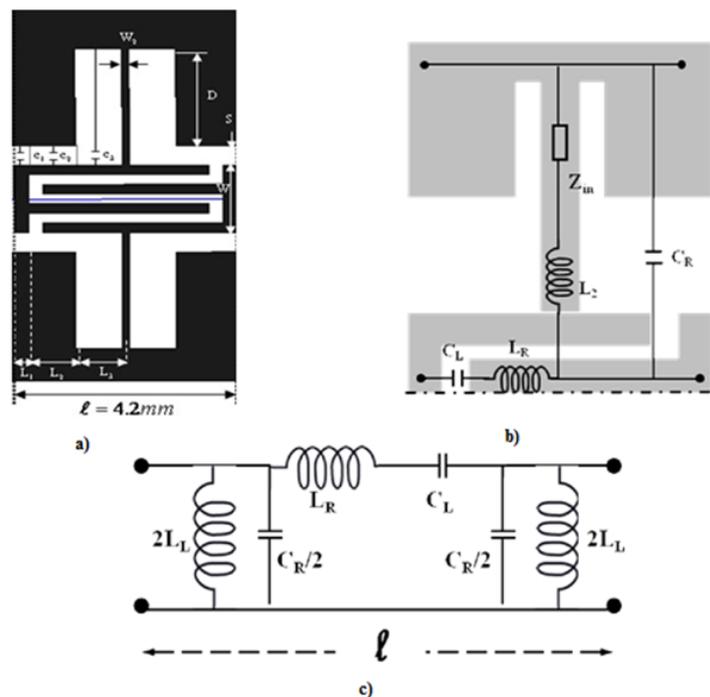


FIGURE 1.27 – (a) La configuration physique de la cellule combinée de base CRLH CP, (b) La moitié de la cellule élémentaire et son circuit équivalent, (c) Modèle du circuit équivalent de la cellule élémentaire en configuration symétrique

avec :

C_L représente la capacité série inter-digité ;

L_R est l'inductance parasite de la capacité inter-digitée, considérée comme l'inductance d'une ligne coplanaire dont la longueur est égal à celle de la capacité inter-digitée ;

C_R est la capacité parallèle utilisée pour modéliser la capacité entre le doigt extérieur de la capacité inter-digitée et le plan de masse ;

L_L est l'inductance parallèle qui est la somme de L_2 et de l'inductance équivalente du stub court-circuité. Les facteurs 2 et $\frac{1}{2}$ viennent de la symétrie de la cellule de base.

Les résultats de ces travaux ont montré l'agilité mais également des pertes d'insertions importantes. Les résultats d'agilité sont présentés sur la figure 1.28 b). La figure 1.28 montre le prototype du résonateur d'ordre zéro à YIG (une seule cellule CRLH : composite Right-Left Handed) et la figure 1.29 indique le prototype de la méta-ligne (cinq cellules CRLH en cascade).

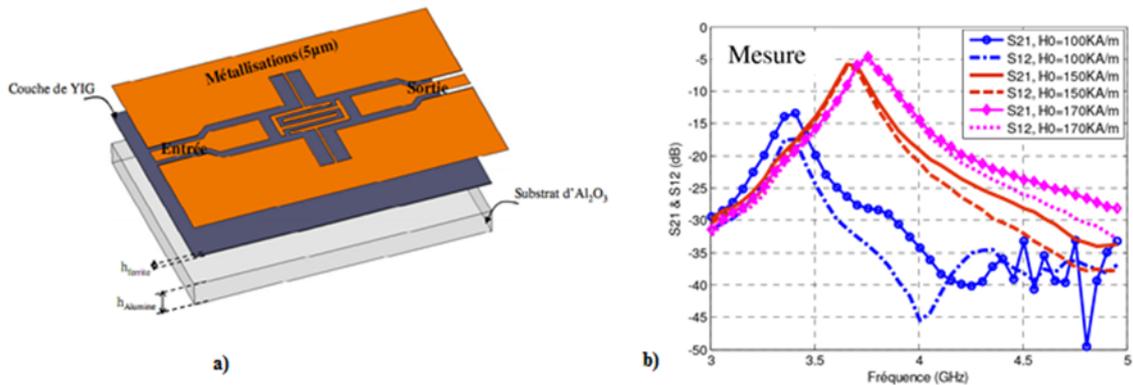


FIGURE 1.28 – (a) prototype du résonateur sur YIG (une cellule CRLH), (b) Coefficient de transmission en fonction de la fréquence pour différents champs statiques appliqués [55]

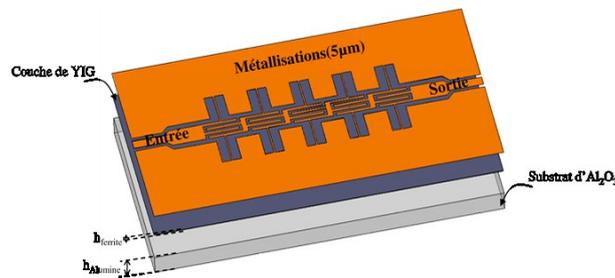


FIGURE 1.29 – Prototype de la méta-ligne à YIG (cinq cellules CRLH) [55]

Les prototypes que nous avons utilisés dans cette partie [55] sont strictement identiques à ceux du travail précédent. Ceci permettra de focaliser notre analyse sur l'impact du matériau magnétique et non pas de la structure méta. La différence va se trouver dans l'empilement de la structure puisque nous allons faire disparaître la couche de ferrite massif.

1.4 Nouvelle voie magnétique pour la réalisation de dispositifs agiles en fréquence

Notre approche consistera donc à utiliser les propriétés des matériaux magnétiques pour obtenir l'agilité souhaitée. Une première thèse s'est intéressée à ce sujet et a réalisée des composants de types méta-lignes en rajoutant une couche complète de ferrite dans les structures [55]. La mesure sous champ d'excitation variable a permis de mettre en évidence une agilité en fréquence sur les réponses des composants. Ces travaux ont donc montré l'agilité mais aussi des pertes d'insertions importantes dues aux couches massives de matériaux magnétiques dans les dispositifs. Notre travail s'insère à la suite de ces premiers résultats.

L'objectif de cette première partie de thèse, est donc de reprendre les structures déjà étudiées mais en rajoutant cette fois-ci non pas des couches pleines mais des composites à bases de nanoparticules magnétiques afin d'obtenir l'agilité tout en réduisant les pertes dans les dispositifs.

1.4.1 Grandeurs et phénomènes magnétiques

Chaque atome est composé d'un noyau autour duquel gravite un certain nombre d'électrons figure 1.30. Le moment magnétique total d'un atome est la somme des moments orbitaux et des moments de spin de ses électrons éventuellement augmentée des aimantations mutuelles correspondant aux couplages entre les deux moments (orbitaux et spin) [56].

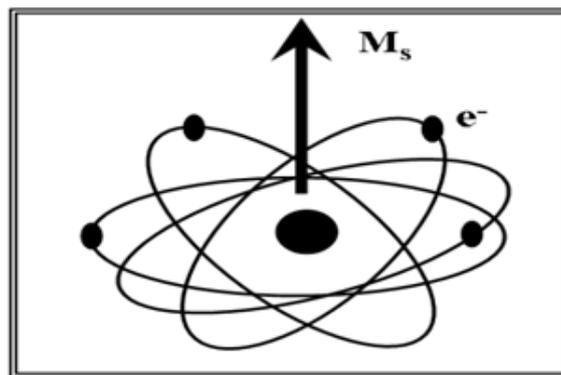


FIGURE 1.30 – *Moment magnétique élémentaire au niveau atomique [57]*

Le magnétisme de la matière est caractérisé par trois phénomènes principaux :

- La formation du moment magnétique à l'échelle des atomes ;
- L'établissement d'un ordre magnétique résultant de l'interaction entre les moments atomiques ;

- Les interactions avec le réseau cristallin qui engendre une anisotropie magnéto-cristalline, c'est-à-dire que les moments magnétiques des atomes tendent à s'aligner selon une direction cristallographique particulière.

Les propriétés magnétiques des matériaux peuvent être classées selon la valeur de la susceptibilité χ . La susceptibilité permet de lier l'aimantation \vec{M} au champ magnétique \vec{H}_0 par la relation suivante :

$$\vec{M} = \chi \vec{H}_0 \quad (1.22)$$

A partir du comportement de la susceptibilité magnétique, il a été défini cinq types de matériaux magnétiques décrits dans [58] : les matériaux diamagnétiques, paramagnétiques, antiferromagnétiques, ferromagnétiques et ferrimagnétiques.

1.4.1.1 Résonance gyromagnétique

La résonance gyromagnétique est due au mouvement de précession du moment magnétique de spin autour de la direction du champ magnétique effectif. Ce moment obéit aux lois de la physique quantique. Sous l'action du champ magnétique extérieur, chaque moment magnétique individuel ne s'aligne pas parallèlement à ce champ. Il va tourner selon un cône de l'axe du champ magnétique extérieur. La figure 1.31 montre la représentation schématique de la précession de l'aimantation.

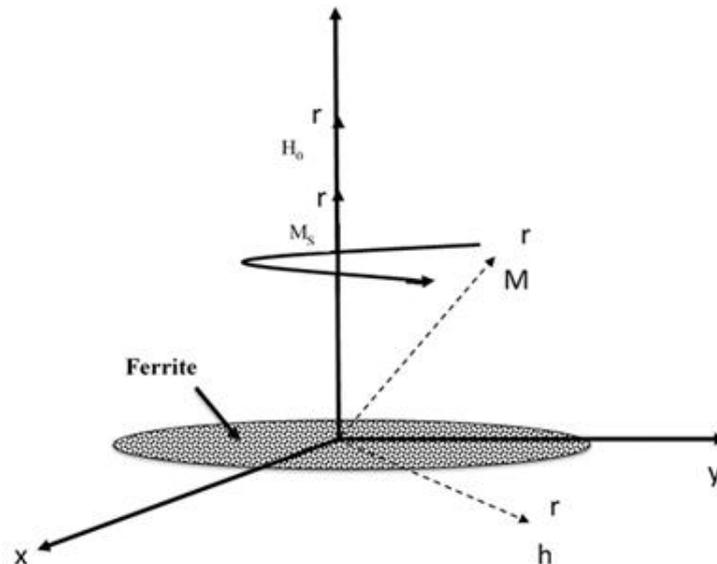


FIGURE 1.31 – Représentation schématique de la précession de l'aimantation

En considérant un ferrite soumis à un champ magnétique statique H_0 dirigé selon l'axe (oz) et en supposant que ce ferrite est saturé, donc son aimantation à saturation M_s est dirigée selon l'axe (oz). Nous superposons à H_0 un champ magnétique hyperfréquence h

dans le plan (Oxy) de pulsation ω et pour simplifier le problème il faut faire les hypothèses suivantes :

- Les effets du champ d'anisotropie sont négligeables
- L'aimantation dans le ferrite est homogène
- Le champ démagnétisant est constant
- Le champ magnétique hyperfréquence est uniforme à tout instant dans le ferrite
- L'intensité du champ magnétique hyperfréquence est faible devant celle du champ magnétique statique (approximation faible champ).

L'aimantation à saturation du ferrite après avoir appliqué un champ hyperfréquence devient :

$$M_s = \chi(H_i + h_i) \quad (1.23)$$

h_i est le champ intérieur au matériau dû au champ magnétique hyperfréquence. L'extrémité du vecteur d'aimantation décrit un cercle en l'absence du champ hyperfréquence, une spirale à la fréquence de gyromagnétique et un mouvement de précession à une fréquence éloignée ω_r donnée par :

$$\omega_r = \frac{\omega_0}{\sqrt{1 + \alpha^2}} \quad (1.24)$$

Dans la zone de gyrorésonance le coefficient α est relié à ΔH par la relation :

$$\alpha = \frac{\gamma \Delta H_0}{2\omega} \quad (1.25)$$

où ΔH est la largeur à mi hauteur de la courbe qui représente la partie imaginaire de μ ou κ et γ est le rapport gyromagnétique. Les mesures de ΔH_0 sont généralement effectuées à la température ambiante et avec un champ hyperfréquence de fréquence 9 GHz.

1.4.1.2 Cycle d'Hystérésis

Le cycle d'hystérésis d'un matériau magnétique se définit comme le tracé de la variation de l'induction magnétique en fonction du champ magnétique extérieur appliqué. Dans le cas d'un matériau non orienté, le cycle d'hystérésis a la même forme quelle que soit la direction du champ appliqué. Par contre dans le cas d'un matériau magnétique orienté, le cycle d'hystérésis dépend de la direction du champ magnétique extérieur appliqué. Un exemple d'un cycle d'hystérésis d'un matériau aimanté est donné (figure 1.32). La première application d'un champ à un matériau implique une modification de la répartition des domaines par le déplacement des parois et donc une variation de l'aimantation. Celle-ci est la courbe de première aimantation, représentée par la courbe en pointillés. Cette courbe présente d'abord une croissance de la magnétisation avec le champ appliqué puis l'accroissement de celle-ci est moins rapide et au-delà d'une certaine valeur de champ, elle n'augmente plus. Le champ coercitif H_c est le champ qui annule l'aimantation après la première aimantation à saturation et il représente la valeur du champ magnétique à

partir de laquelle le retournement des moments devient possible. A partir de la valeur du champ coercitif H_c , deux catégories de matériau ont été définies : Les matériaux durs et les matériaux doux. Les matériaux durs sont caractérisés par un champ H_c fort et ils s'aimantent et désaimantent lentement. Ils sont utilisés généralement pour réaliser des aimants permanents et des éléments de mémoire. Par contre, les matériaux doux sont caractérisés par un champ H_c faible et ils s'aimantent et désaimantent facilement. Ils sont utilisés pour des applications de faible puissance telle que les télécommunications (cas de notre étude) et l'électronique.

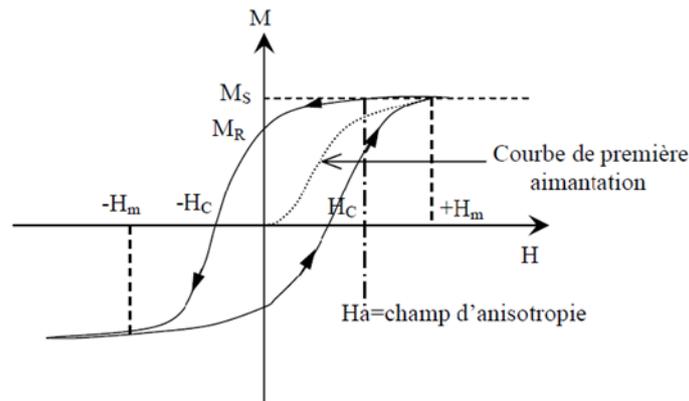


FIGURE 1.32 – Exemple d'un cycle d'hystérésis

A partir du cycle d'hystérésis, le champ d'anisotropie est défini comme la valeur du champ magnétique pour lequel l'aimantation est alignée avec celui-ci lorsqu'il est dirigé selon l'axe difficile de l'aimantation. Il s'agit d'un champ fictif correspondant à l'énergie d'anisotropie.

1.4.1.3 Tenseur de perméabilité

Pour déterminer la perméabilité tensorielle du milieu saturé infini, Polder a résolu l'équation 1.25 en supposant, d'une part, que le champ hyperfréquence h possède une amplitude très largement inférieure à celle du champ statique H_0 et une polarisation appartenant à l'axe (xOy) du repère cartésien et, d'autre part, que H_0 est orienté dans la direction (Oz) . Dans ces conditions, la projection de l'équation de Gilbert (équation 1.24) sur les axes du repère cartésien $(Oxyz)$ permet d'établir une relation entre l'aimantation dynamique du milieu m et le champ magnétique hyperfréquence h , de pulsation angulaire ω . L'équation de Gilbert à la base de la théorie dynamique des moments magnétiques, est donnée par :

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = -\gamma\vec{M} \wedge \vec{H}_t + \frac{\alpha}{M_s}\vec{M} \wedge \frac{d\vec{M}}{dt} \quad (1.26)$$

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = -\gamma\vec{M} \wedge \vec{H}_t - \frac{\alpha\gamma}{M_s}\vec{M} \wedge (\vec{M} \wedge \vec{H}_t) \quad (1.27)$$

avec :

$$\vec{H}_t = \vec{H}_0 + \vec{h}_t \text{ et } \vec{M} = \vec{M}_0 + \vec{m}$$

où M est l'aimantation du milieu, α un facteur d'amortissement sans dimensions, M_s l'aimantation spontanée du milieu h le champ magnétique hyperfréquence et m l'aimantation induite par h . De l'équation 1.25 sont déduites les différentes composantes du tenseur de perméabilité de Polder.

$$\mu = 1 + \frac{\omega_m (\omega_0 + j\alpha\omega)}{(\omega_0 + j\alpha\omega^2) - \omega^2} = \mu' - j\mu'' \quad (1.28)$$

$$\mu_z = j\kappa = \frac{j\omega_m\omega}{(\omega_0 + j\alpha\omega^2) - \omega^2} = j(\kappa' - j\kappa'') \quad (1.29)$$

où

$$\omega_m = \gamma M_s \quad (1.30)$$

ω_m est la pulsation caractéristique du milieu, proportionnelle à l'aimantation spontanée.

$$\bar{\bar{\mu}} = \begin{pmatrix} \mu & +j\kappa & 0 \\ -j\kappa & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (1.31)$$

Le tenseur de forme correspondante à l'équation (1.31) est appelé Tenseur de Polder.

Les expressions des éléments μ et κ du tenseur du Polder mettent en évidence un phénomène de résonance qui se manifeste à une fréquence bien précise de pulsation $\omega_r = 2\pi f_r$ qui correspond à la résonance gyromagnétique (voir équation 1.24).

1.4.1.4 Notions d'anisotropie magnétique

Il existe plusieurs types d'anisotropie magnétique dont trois sont les plus courantes : L'anisotropie magnéto-cristalline, celle de forme et celle de surface [59].

1) L'anisotropie magnéto-cristalline :

Elle provient de l'existence du champ cristallin qui couple les moments magnétiques orbitaux au réseau cristallin. Elle traduit la dépendance de l'aimantation d'un monocristal à la direction du champ magnétique appliqué par rapport aux axes cristallographiques de ce même cristal et peut être représentée par une énergie libre. Cette énergie est minimale lorsque le champ est aligné selon l'axe de « facile aimantation » du cristal. Par exemple, les directions « 111 » sont des axes de « facile aimantation », c'est le cas de la magnétite et de la maghétmite.

2) L'anisotropie de forme :

Cette anisotropie est la conséquence du couplage dipolaire. L'énergie dipolaire issue de l'interaction entre le champ démagnétisant et la distribution d'aimantation, dépend de

l'orientation de l'aimantation par rapport à la forme de l'échantillon. Elle sera minimisée si l'aimantation du système s'aligne selon sa plus grande dimension. Elle est souvent dominante par rapport aux autres formes d'anisotropie, et impose la direction de l'aimantation à l'équilibre en l'absence de champ extérieur.

3) L'anisotropie de surface :

Il s'agit d'anisotropie des matériaux nanostructurés ou à bases de nanoparticules. C'est une anisotropie déterminante qui résulte du fait que les atomes de surface ont un environnement de plus faible symétrie que ceux de cœur. Cette brisure de symétrie peut favoriser une orientation du moment atomique perpendiculaire à la surface [60]. Ce genre d'anisotropie intervient principalement pour les films ultra-minces et les particules de taille nanométrique pour lesquels le rapport entre le nombre d'atomes de surface et le nombre d'atome de volume devient important. Du fait de cette contribution, la constante d'anisotropie effective des matériaux à bases de nanoparticules peut être supérieure à celle du matériau massif correspondant, d'un à deux ordre de grandeur [61]. Dans ce cas, l'anisotropie de surface peut imposer sa symétrie considérée comme uni-axiale (un seul axe facile aimantation) bien que l'anisotropie magnéto-cristalline des oxydes de structure spinelle soit de symétrie cubique.

1.4.2 Composites et voie Sol-gel

1.4.2.1 Matériaux composites

De manière générale, un matériau composite est l'association d'au moins deux matériaux. L'un deux est appelé «matrice» ou «matrice hôte»; il assure la cohésion de la structure, dans laquelle sont inclus les autres matériaux appelés charges ou inclusions figure 1.33 [62]. Les caractéristiques du matériau composite sont liées à la nature de la matrice et des inclusions ainsi qu'à l'interface entre les deux.

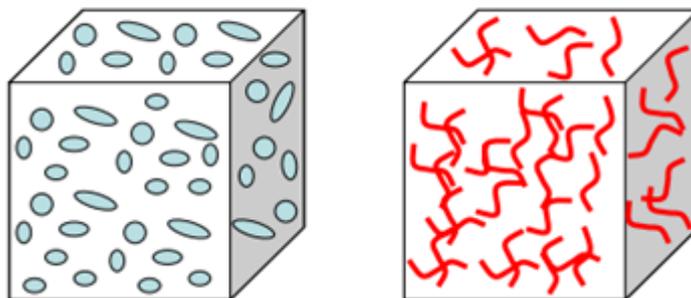


FIGURE 1.33 – Structures des matériaux composites (à particules et à fibres) [63]

Les particules doivent donc être plus petites que la longueur d'onde pour qu'on puisse considérer le composite comme un matériau homogène et appliquer éventuellement les lois de mélanges figure 1.34.

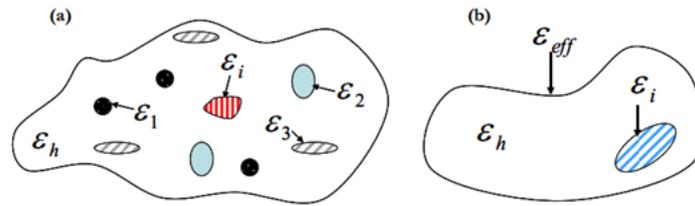


FIGURE 1.34 – (a) *Mélange Multiphase*, (b) *Inclusion isolée dans un milieu effectif* [63]

Les théories des mélanges ont été développées à partir de 1891, suite aux recherches menées par Maxwell Garnett [64] sur les caractéristiques électromagnétiques et optique de mélanges de particules métalliques.

1.4.2.2 Le Sol-gel

L'appellation sol-gel traduit le phénomène de transformation d'un liquide (sol) en un solide (gel). C'est une méthode permettant l'élaboration de matériaux à partir de précurseurs moléculaires en solution, qui subissent des réactions chimiques à des températures proches de la température ambiante.

Sol (solution) : c'est une dispersion colloïdale stable de particules au sein d'un liquide constitué d'un solvant.

Gel (gélification) : c'est le résultat de l'agrégation progressive des particules en suspension dans le sol qui vont former petit à petit un réseau solide tridimensionnel interconnecté.

L'un des intérêts majeurs du procédé sol-gel, réside dans la possibilité de réaliser une large gamme de gels dopés par différents types de dopants sous formes des particules métalliques, d'ions ou de nanoparticules magnétiques (cas de notre application) constituant la phase solide de ferrofluide [65]. L'insertion des dopants spécifiques au sein de la matrice sol-gel permet de créer des matériaux spécifiques ouvrant la voie à des nombreuses applications.

1) Avantages du procédé sol-gel

Ce procédé possède plusieurs avantages, dont nous pouvons citer les principaux :

- Basse température du procédé
- Composition du matériau final contrôlable à l'échelle moléculaire
- Excellente homogénéité
- Epaisseur de revêtement contrôlée
- Facilité de production de systèmes complexes

2) Inconvénients du procédé sol-gel

- Temps de processus long
- Epaisseur du revêtement limitée à quelques micromètres
- Prix de précurseurs élevés
- Maîtrise du procédé souvent délicate

1.4.2.3 Nanoparticules magnétiques

Dans le cas particulier qui nous occupe, nous souhaitons obtenir des composites qui présentent des propriétés magnétiques. Il nous faudra donc incorporer des particules magnétiques. Les nanoparticules magnétiques comme leur nom l'indique, sont des particules constituées d'un matériau magnétique avec une taille de l'ordre de quelques nanomètres (30nm maximum). Elles peuvent être considérées comme de minuscules aimants permanents qui apportent dans le mélange des propriétés magnétiques. Les particules magnétiques sont aujourd'hui utilisées dans de multiples domaines (Médecine, électronique, télécom etc..).

Les propriétés magnétiques des nanoparticules dépendent fortement de la composition chimique et de la taille des particules. C'est pourquoi il est important de préparer et déterminer les propriétés des nanoparticules dans des dimensions souhaitées [66]. Dans le cas où les nanoparticules sont fixes ou piégées dans des matrices plus visqueuses ou solides, leurs moments magnétiques peuvent s'orienter sous l'influence d'un champ magnétique mais leur axe facile aimantation est fixe. Cependant, quand elles sont dispersées dans un liquide, leurs axes facile aimantation associés peuvent bouger librement. Il est primordial d'appliquer un champ magnétique fort pour orienter fortement les particules du composite, lorsque la matrice est toujours sous sa forme liquide.

Les nanoparticules n'ont véritablement été étudiées que depuis les années 80, suite à la mise au point des techniques de microscopie en champ proche qui permet de visualiser la matière à une échelle nanométrique [67]. L'intérêt scientifique vient du fait que ces dernières présentent des propriétés différentes des matériaux macroscopiques, qui peuvent varier en fonction de leur taille, forme ou environnement.

Les nanoparticules utilisées au cours de cette thèse sont des oxydes magnétiques de structure spinelle. Le fait de diminuer la taille à l'échelle nanométrique conduit à des effets particuliers. La phase maghémite, métastable à l'état massif devient stable quand ses dimensions caractéristiques sont de l'ordre de la dizaine de nanomètres [68]. Pour ce qui est des propriétés magnétiques, lorsque le coût en énergie associée à la création d'une paroi de Bloch ne compense plus le gain d'énergie magnétostatique, les particules deviennent monodomaine magnétique. L'originalité de ces particules tient au fait qu'au-dessus d'une température dite « de blocage », leur aimantation va fluctuer entre les différentes orientations des axes de facile aimantation. Chaque particule se comporte quasiment comme un centre paramagnétique présentant un spin. C'est le superparamagnétisme. Il en découle que, même sous faible champ magnétique, une aimantation élevée est atteinte et que, quand ce champ est coupé, il n'y a pas de rémanence à l'inverse de ce qui s'observe pour le matériau massif. Ces particules sont donc aisément manipulables par un gradient de champ magnétique externe.

1.4.2.4 Critères de Choix de ferrofluide et aimantation à saturation

Les ferrofluides que nous utilisons au laboratoire, et plus spécifiquement pour l'étude en hyperfréquence doivent répondre à certains critères : aimantation à saturation, distribution en diamètre et l'existence de résonance gyromagnétique dans la bande hyperfréquence. Pour une anisotropie induite élevée dans un ferrofluide, il est nécessaire d'avoir une aimantation à saturation M_S suffisamment importante.

Afin d'obtenir des effets les plus importants possibles (point de vue application) nous devons utiliser des liquides magnétiques possédant une aimantation à saturation la plus grande possible. Elle dépend à la fois de la concentration en matériau magnétique dans le liquide, et de la nature de ce matériau. La méthode de préparation chimique employée doit permettre d'atteindre des concentrations massiques de 25%.

Le tableau 1.1 montre les aimantations à saturation des ferrites massifs qui constituent couramment les ferrofluides.

Type de ferrite	Fe_3O_4	Fe_2CoO_4	Fe_2MnO_4	γFe_2O_3
M_S (KA/m)	484	422	386	336

TABLE 1.1 – Aimantation à saturation de quelques ferrites massifs

En conjuguant forte concentration et choix d'un matériau à fort M_S , il est possible d'obtenir des ferrofluides possédant une aimantation à saturation supérieur à 100 kA/m. L'intérêt des ferrofluides dans le domaine des micro-ondes réside bien entendu dans l'existence des phénomènes de relaxation et de résonance dans la plage de fréquences correspondante. Certains ferrites tels que le ferrite de cobalt ne sont pas exploitables en hyperfréquence puisqu'ils ne présentent pas de résonance gyromagnétique dans cette bande. La nature du liquide porteur doit aussi être prise en compte.

L'aimantation macroscopique M est proportionnelle à la somme des moments magnétiques contenus dans un volume élémentaire. Les moments magnétiques existant dans la matière sont dus, d'une part à la structure électronique de ses conditions, d'autre part à leur spin électronique. Le moment magnétique global m est directement lié à l'aimantation à saturation à 0K du corps :

$$M_{S0} = \frac{mN\rho}{M} \quad (1.32)$$

Le moment magnétique d'une molécule de maghémite étant de $m=2.5\mu_B$, le moment magnétique d'une mole de maghémite, vaut $N\mu_B$. Sachant qu'elle a une densité de 4,6 g/cm³ [69], et une masse molaire de 159,7g/mol, alors l'aimantation à saturation à 0K vaut $M_S=402KA/m$. Ceci correspond bien à la valeur moyenne donnée dans la littérature. Il faut noter que l'augmentation de la température entraîne une décroissance de l'aimantation à saturation. Les nanoparticules présentent souvent une valeur d'aimantation à saturation plus faible que celle du matériau massif correspondant (en général 20% du massif). Ainsi à

la température ambiante, l'aimantation à saturation de la maghémite tombe à 336 kA/m.

Des nombreuses études ont montré que les synthèses par chimie douce c'est-à-dire à température proche de l'ambiante conduisent à des particules dont les propriétés magnétiques sont plus éloignées de celles du massif que celles élaborées en solvant à haut point d'ébullition [70],[71]. La différence de comportement pourrait venir de la température d'élaboration et du degré de cristallinité des particules formées.

1.4.2.5 Synthèse de nanoparticules de maghémite

Il est possible de distinguer différents modes de synthèse pour obtenir des dispersions colloïdales de nanoparticules de maghémite en matrice de silice [72].

Le premier regroupe les méthodes dites de « chimie douce », c'est-à-dire où la synthèse s'effectue à la température proche de l'ambiante. Par exemple la coprécipitation de fer ferreux et ferrique en milieu alcalin [73].

Le second mode de synthèse largement développé depuis une quinzaine d'années qui consiste en la décomposition de complexes organométalliques dans des solvants à haut point d'ébullition et éventuellement en présence de surfactant qui permet de limiter la croissance d'une part et d'autre part d'assurer la stabilité du colloïde formé [74]. Cette méthode a pour avantage de conduire à des particules bien cristallisées avec une faible dispersion en taille. Il existe de nombreuses méthodes de synthèse dans la littérature (Polyol, pyrolyse etc). Les nanoparticules que nous allons utiliser ont été synthétisées par la « méthode de chimie douce ». Cette méthode est compatible avec le mode de préparation de la silice sol-gel. Elles ont été réalisées au Laboratoire PHENIX Paris [75]. En effet, afin d'obtenir un composite homogène, il faut disposer d'un colloïde stable en phase aqueuse ou en milieu eau/éthanol pour pouvoir faire polymériser correctement la silice autour des particules sans déstabiliser la dispersion.

1.4.3 Agilité par voie sol-gel dans des dispositifs méta-lignes

1.4.3.1 Nouvelle voie magnétique de réalisation de dispositifs

Nous avons donc repris les dispositifs qui ont été présentés dans [55]. Nous les avons réalisés par le dépôt d'une couche mince de cuivre déposée directement sur un substrat d'alumine en utilisant la méthode de pulvérisation cathodique RF. Les motifs sont réalisés par photolithographie ; nous avons ensuite rajouté des gouttes de composites à base de nanoparticules magnétiques localisées en certains endroits de la structure. Dans notre cas, nous avons utilisé un sol-gel dopé par la maghémite. Les gouttes sont déposées sur les stubs des composants voir figures 1.35 et 1.36.

Le dépôt des gouttes magnétiques se fait à l'aide d'une micropipette graduée. Les

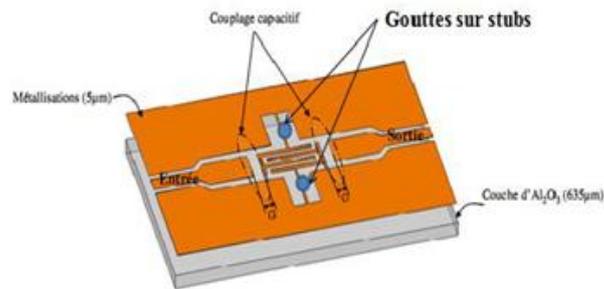


FIGURE 1.35 – Prototype du résonateur d'ordre zéro à nanoparticules magnétiques (une cellule CRLH)

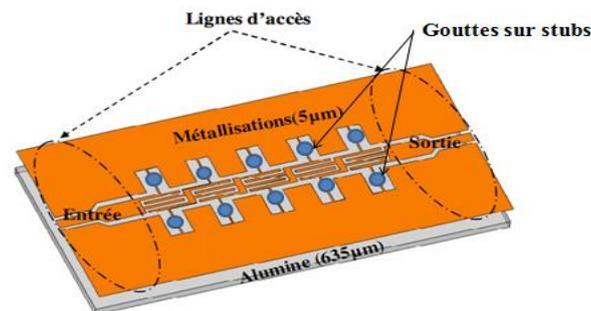


FIGURE 1.36 – Prototype de la méta-ligne à nanoparticules magnétiques (cinq cellules CRLH)

graduations permettent de contrôler le diamètre des gouttes déposées sur les composants. Ensuite, nous réalisons l'étape de recuit qui consiste à introduire les échantillons dans l'étuve pendant une heure à 100°C pour assurer une bonne adhérence et une bonne évacuation de solvants. Les mesures sont réalisées à l'aide d'un analyseur vectoriel de réseaux équipé d'un testeur sous pointes qui permet la connexion des dispositifs planaires réalisés. Comme dans toute procédure de mesures, l'analyseur est d'abord calibré à l'aide d'un kit spécifique adapté aux pointes utilisées.

1.4.3.2 Mesure de dispositifs

Nous avons donc mesuré les deux prototypes sans matériaux magnétiques (c'est-à-dire sans les gouttes représentées sur les figures 1.35 et 1.36) afin de mettre en évidence les propriétés métamatériaux des composants. La figure 1.37 montre la mesure de paramètre de réflexion en module et en phase du résonateur d'ordre zéro ; on note que sa fréquence de résonance est de 5,5 GHz. Cette fréquence est directement liée à la structuration de la cellule c'est à dire aux valeurs de composants électriques équivalents de cette cellule unitaire figure 1.27. L'appellation résonateur d'ordre zéro veut dire qu'à la fréquence de résonance de cette structure la phase est nulle figure 1.37.

La figure 1.38 montre la mesure de paramètre de transmission en module et en phase du résonateur d'ordre zéro ; on note qu'il a une avance de la fréquence de résonance en phase par rapport à celle en module.

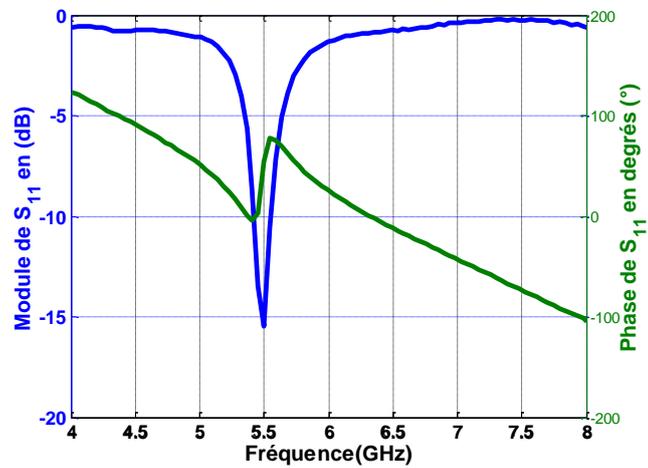


FIGURE 1.37 – Mesures de coefficient de réflexion du résonateur d'ordre zéro CRLH

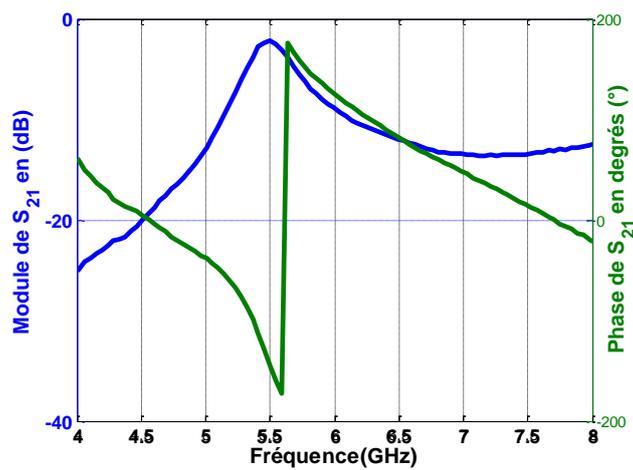


FIGURE 1.38 – Mesures de coefficient de transmission du résonateur d'ordre zéro CRLH

La méta-ligne fait apparaître deux bandes de propagation séparées (figure 1.39) : une bande 3,2 et 4,3 GHz et une bande entre 7,8 et 9,3 GHz. Ces deux bandes sont séparées par un gap. La figure 1.39 présente le paramètre de transmission en module et en phase de la méta-ligne.

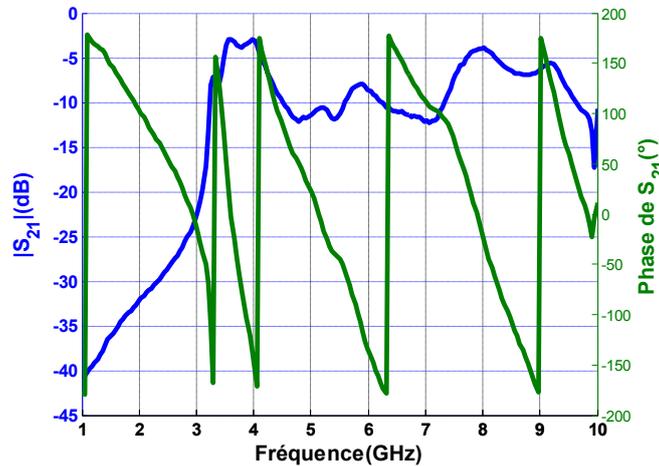


FIGURE 1.39 – Mesures de coefficient de transmission de la méta-ligne (cinq cellules CRLH)

On peut également observer ces bandes sur les courbes de réflexion en module et en phase figure 1.40.

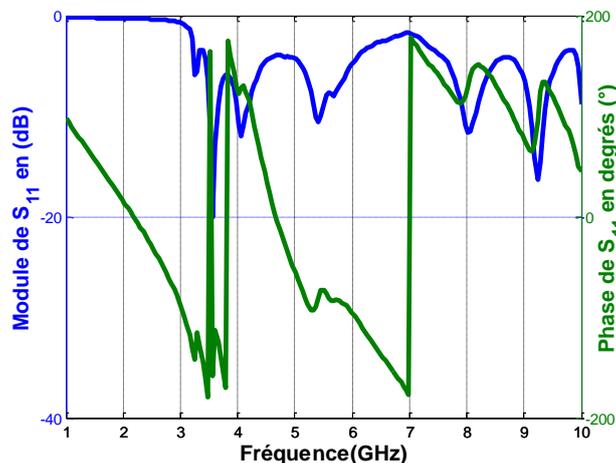


FIGURE 1.40 – Mesures de coefficient de réflexion de la méta-ligne (cinq cellules CRLH)

1.4.3.3 Mesure de dispositifs et agilité

Nous avons ensuite déposé des composites à base de nanoparticules magnétiques sur les dispositifs (figure 1.41) pour mettre en évidence l'effet magnétique sur les structures CRLH précédemment mesurées. Ces composites ont été obtenus à l'aide d'une méthode sol-

gel dopée en ferrofluide. Dans notre étude, nous avons utilisé des particules de maghémite (concentration 4,5%) de taille 10 nm.

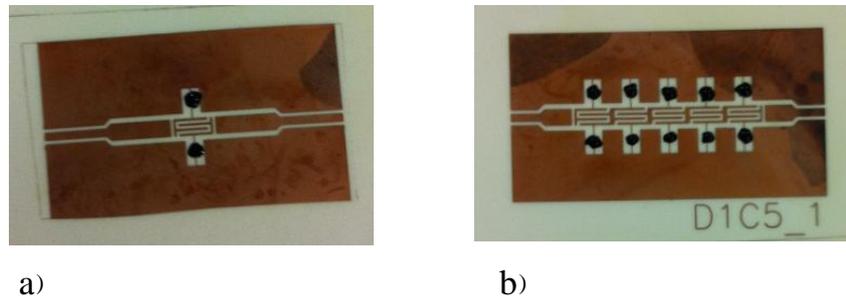


FIGURE 1.41 – Photographies de composants réalisés par rajout de gouttes magnétiques : a) résonateur, b) méta-ligne

Les dispositifs doivent ensuite être aimantés lors de la mesure. Dans notre cas de travail, le champ magnétique est appliqué transversalement à la direction de propagation de l'onde et parallèlement au plan des conducteurs. Ce champ est délivré par un système de polarisation composé d'un noyau magnétique et des bobines (figure 1.42) qui servent à canaliser les lignes de champ de polarisation.

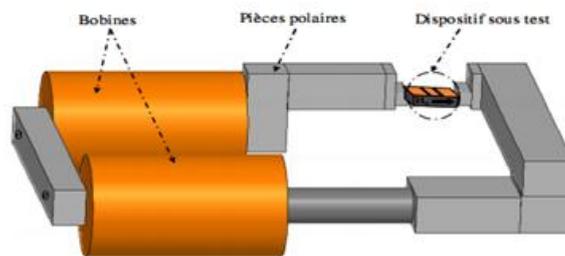


FIGURE 1.42 – système de polarisation magnétique externe

En appliquant le champ extérieur H_0 , l'aimantation du matériau varie. C'est ce principe qui modifie la perméabilité des matériaux. Ensuite, cette variation de la perméabilité de matériau magnétique va modifier les valeurs des impédances ramenées par les stubs chargés par des gouttes de sol-gel magnétique. Il en résulte une variation des fréquences de fonctionnement des structures. C'est ce que l'on appelle agilité en fréquence ou déplacement du point de fonctionnement de dispositifs hyperfréquences.

Les résultats obtenus sur le résonateur à nanoparticule magnétique sont présentés sur les figures ci-après.

La figure 1.43 montre la mesure des modules de paramètres S du résonateur sur laquelle ont été rajoutées des gouttes de composites magnétiques. Nous avons fait varier le champ d'excitation de 100 à 170 kA/m, nous constatons que la fréquence de résonance varie de 5,4 à 5,76 GHz. Ainsi l'agilité est observée malgré une quantité de matériau magnétique très faible.

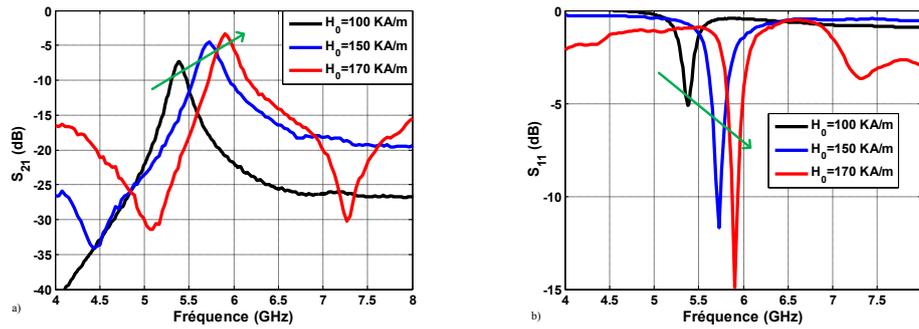


FIGURE 1.43 – Mesure des coefficients de transmission (a) et de réflexion (b) pour le résonateur avec nanoparticules magnétiques (prototype figure 1.41 a). Variation de l'aimantation externe

Les mesures de modules des paramètres S de la structure cinq cellules sur laquelle ont été rajoutées les sol-gels magnétiques sont présentées à la figure 1.44.

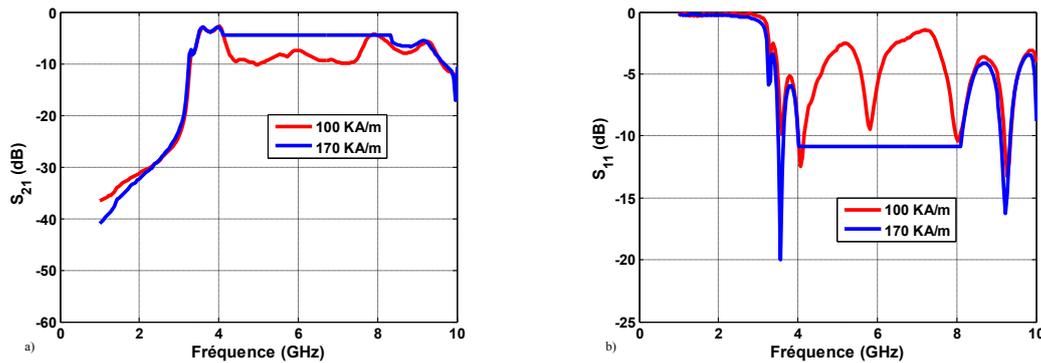


FIGURE 1.44 – Mesure des coefficients de transmission (a) et de réflexion (b) pour la méta-ligne avec nanoparticules magnétiques (prototype figure 1.41b). Variation de l'aimantation externe

Les tracés des modules des paramètres S_{ij} en fonction de la fréquence permet de conclure sur les bandes passantes et interdites ainsi que leurs niveaux de transmission. En revanche, il est impossible de connaître la dispersion du système avec ce tracé. C'est pourquoi, afin d'avoir les informations sur la nature des bandes de transmission (main gauche, main droite), une méthode d'extraction appelée «inversion des relations de Fresnel» dérivée de méthode de Weir [76], est appliquée. La matrice S est convertie en matrice chaîne M pouvant elle-même être écrite en fonction de la constante de propagation γ donnée par :

$$M = \begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} ch(\gamma L) & Z_c sh(\gamma L) \\ \frac{1}{Z_c} sh(\gamma L) & ch(\gamma L) \end{bmatrix} \quad (1.33)$$

Avec

$$\left\{ \begin{array}{l} A = \frac{(1+S_{11})(1-S_{22})+S_{12}S_{21}}{2S_{21}} \\ B = \frac{(1+S_{11})(1+S_{22})-S_{12}S_{21}}{2S_{21}} \\ C = \frac{(1-S_{11})(1-S_{22})-S_{12}S_{21}}{2S_{21}} \\ D = \frac{(1-S_{11})(1+S_{22})+S_{12}S_{21}}{2S_{21}} \end{array} \right. \quad (1.34)$$

où S_{ij} sont les paramètres S complexes.

Par identification des termes, il devient alors possible d'extraire la constante d'atténuation α (partie réelle de γ) et la constante de phase β (partie imaginaire de γ) selon les équations suivantes [77] :

$$\alpha.L = \ln \left| A \pm \sqrt{A^2 - 1} \right| \quad (1.35)$$

$$\beta.L = \langle (A \pm \sqrt{A^2 - 1}) \rangle + 2k\pi \quad (1.36)$$

Où L est la longueur de la cellule unitaire.

Le terme $A = \text{ch}(\gamma.L)$ présente plusieurs solutions lors du calcul du cosinus hyperbolique inverse. Comme nous travaillons avec des structures passives, la solution choisie est celle donnant une atténuation α positive.

La figure 1.45 montre le tracé de la constante de propagation complexe γ de la métaligne sur laquelle ont été rajoutées des gouttes de composites magnétiques.

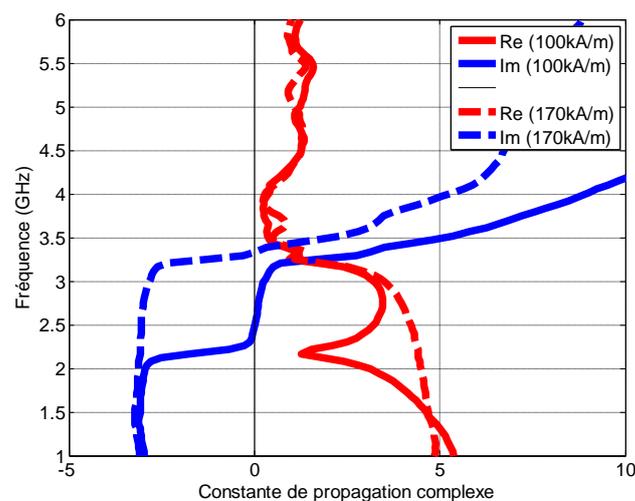


FIGURE 1.45 – Mesure des diagrammes de dispersion en fonction du champ magnétique extérieur appliqué. Cas du prototype méta-ligne à nanoparticules magnétiques (prototype figure 1.36)

Sous faible champ (100kA/m) la différence avec la ligne sans matériau magnétique est

très faible. On observe une bande main gauche qui se poursuit avec un band gap, puis la propagation redevient main droite au-delà de 3 GHz. On note que les pertes de la structure sont très élevées. Pour un champ d'aimantation plus fort (170 kA/m), la bande main gauche s'est déplacée jusque vers 3,5 GHz. De plus, le gap qui existait entre les bandes main gauche et main droite s'est refermé. La ligne est alors dans son état «équilibré».

Comme on le note aisément sur la figure 1.45, les niveaux de pertes sont très importants sur cette structure ce qui ne la rend pas exploitable hormis sur des bandes étroites. On notera que ces pertes sont aussi très fortes sur la bande main droite. Ces résultats étaient évidemment prévisibles puisque nous avons repris exactement les mêmes structures que dans [55] et que ces pertes avaient déjà été mentionnées comme défaut de conception.

Même si les performances des dispositifs ne sont pas très bonnes, nous pouvons conclure que l'agilité a été obtenue avec une faible dose de matière magnétique. De plus, les pertes rajoutées par le matériau magnétique dans le dispositif sont faibles pour les deux dispositifs réalisés.

La mise en évidence de l'agilité avec des nanoparticules de sol-gel magnétique était notre objectif premier ; c'est pourquoi nous avons repris des dispositifs existants qui n'étaient pas forcément optimisés ou performants. Si l'on compare en effet les résultats obtenus sur le résonateur à 170 kA/m on peut en effet remarquer les pertes d'insertion ne sont pas plus élevées que dans le cas sans matériau magnétique. Cette remarque n'avait pas pu être faite dans les travaux précédents ; l'ajout d'une couche pleine de YIG avait en effet augmenté fortement les pertes dans le résonateur. On remarquera également que les pertes d'insertion diminuent lorsque l'aimantation augmente. Les modifications des stubs par la présence des gouttes modifient l'inductance et donc l'impédance caractéristique de la structure et favorise dans ce cas l'adaptation de la structure. Ces variations de pertes d'insertion sont donc dues principalement à un phénomène de désadaptation. Ceci est confirmé par l'analyse de la réflexion (figure 1.43 b) puisque les pertes d'insertion diminuent en même temps que la réflexion diminue.

Ces études nous ont permis la démonstration de l'agilité en fréquence du résonateur d'ordre zéro et de la méta-ligne par l'utilisation de nanoparticules magnétiques, c'est-à-dire avec une très faible quantité de matière magnétique. Ceci permet d'obtenir un compromis en termes d'agilité, de réduction de pertes et de miniaturisation des dispositifs.

Nous allons faire une étude comparative entre les deux approches matériaux magnétiques vues précédemment c'est-à-dire entre une couche complète de YIG et une structure à base de nanoparticules magnétiques.

1.4.3.4 Etude comparative

L'agilité en fréquence est observée, et de façon qualitative, la bande passante du résonateur d'ordre zéro (ZOR à nanoparticules magnétiques) réalisé par rajout de composites à

base de nanoparticules magnétiques se déplace vers les hautes fréquences lorsque le champ magnétique d'aimantation augmente (voir tableau 1.2). Nous allons maintenant comparer plus précisément nos résultats (nanoparticules magnétiques) avec ceux de travaux qui nous ont précédé sur le résonateur d'ordre zéro réalisé par rajout de matériau magnétique massif (ZOR à YIG).

Champs d'aimantation (KA/m)	100	150	170
Fréquence centrale (GHz) pour ZOR à YIG	3,2	3,6	3,75
Fréquence centrale (GHz) pour ZOR à nanoparticules magnétiques	5,39	5,73	6

TABLE 1.2 – Comparatif d'évolution de la fréquence centrale en fonction de la structure choisie et du champ d'aimantation

En comparant les fréquences centrales, on note qu'elles ne se trouvent pas dans la même bande : 3-4 GHz pour le YIG et 5-6 GHz dans le cas des gouttes de sol-gel dopées. Ceci est normal dans la mesure où l'indice effectif du ZOR est nettement plus élevé dans le cas de la couche pleine, ce qui a pour conséquence de baisser la fréquence centrale. Ce qui est surtout notable, c'est que dans le cas des particules magnétiques, la fréquence centrale est très peu différente de celle mesurée dans le cas sans matériau magnétique. Ainsi il devient possible d'imaginer le design sans matériau magnétique (souvent difficile à modéliser avec les logiciels de simulation) et le fait de rajouter les particules ne vient pas perturber fondamentalement les réglages d'adaptation réalisés sur le composant. Pour tenter de comparer l'agilité des deux structures, on définit un taux d'agilité simple sous la forme :

$$\tau(\%) = \frac{\Delta f}{f_{\max}} \quad (1.37)$$

On obtient alors un taux de 14,7% dans le cas de la couche de YIG contre 10% dans le cas des particules. Ceci confirme le fait que l'agilité est une fonction de la quantité de matière magnétique utilisée dans le dispositif.

Nous nous intéressons ensuite à la comparaison des niveaux transmis à la fréquence centrale du résonateur (Tableau 1.3). Un premier fonctionnement commun aux deux structures peut être remarqué. Il semble que l'adaptation s'améliore lorsque l'aimantation augmente. L'analyse des résultats permet en effet de voir que les niveaux de transmission augmentent en même temps que les niveaux de réflexion diminuent.

D'autre part, on note que les niveaux de pertes observés dans le cas de la structure à particules sont nettement moins élevés que dans la structure pleine couche, quelle que soit l'aimantation appliquée. Le simple fait de considérer que les matériaux magnétiques en question ne sont pas les mêmes dans les deux structures ne suffit pas à expliquer cette différence. D'après nos observations, deux éléments conduisent à ce résultat. D'abord la quantité de matière magnétique dans le dispositif est nettement plus faible dans le cas des particules. De plus la matière magnétique est simplement localisée à des endroits précis,

là où elle doit jouer son rôle. Ainsi les pertes magnétiques, si elles sont toujours présentes, sont moins élevées car il y a moins de matériau magnétique en interaction avec le circuit. D'autre part, la désadaptation, ou la modification du point de fonctionnement initial, est nettement plus faible dans le cas des particules magnétiques comparativement au cas de la couche complète qui amène des modifications importantes de l'impédance d'entrée par exemple (ou de la fréquence de fonctionnement comme on l'a vu précédemment). Ainsi « l'approche particule magnétique » donne des résultats nettement plus satisfaisants en termes de transmission du signal à travers le résonateur.

Champs d'aimantation (KA/m)	100	150	170
Pertes d'insertion (dB) pour ZOR à YIG	14	7	5
Pertes d'insertion (dB) pour ZOR à nanoparticules magnétiques	7	3	2

TABLE 1.3 – Comparatif du niveau de transmission pour la fréquence centrale, en fonction de la structure choisie et du champ d'aimantation

Pour terminer, et globaliser les résultats de cette comparaison, nous proposons d'examiner le problème à travers un facteur de mérite. Nous avons choisi d'agréger les notions d'agilité et de pertes, comme cela se fait habituellement. Le facteur de mérite choisi est donné par :

$$FM(\%/dB) = \frac{\tau(\%)}{S_{21}(dB)} \quad (1.38)$$

En utilisant cette définition, on peut déduire le tableau 1.4 suivant :

FM (% /dB)	min	max	moy
FM pour ZOR à YIG	1,05	2,04	2
FM pour ZOR à nanoparticules magnétiques	1,4	5	3,2

TABLE 1.4 – Comparatif du facteur de mérite de transmission pour la fréquence centrale, en fonction de la structure choisie et du champ d'aimantation

Comme les pertes d'insertion varient fortement sur la bande étudiée, nous donnons dans le tableau les valeurs extrêmes et la valeur moyenne obtenue comme la moyenne de ces deux valeurs extrêmes. On note, d'après ces résultats que la structure à base de sol-gel magnétique est la meilleure, même si le calcul de ce facteur de mérite peut être affiné ou discuté.

La comparaison des structures réalisées avec une couche complète de ferrite, montre tout l'intérêt de cette nouvelle approche. Les structures que nous avons réalisées avec le rajout de composites à bases de nanoparticules magnétiques présentent moins de pertes que celles réalisées avec une couche de ferrite. De plus, elle fonctionnent à des fréquences de résonance plus élevées. Pour améliorer les performances de ces dispositifs, l'étape suivante

va consister à étudier l'influence du dopage de la matrice sol-gel sur les propriétés du dispositif. C'est pourquoi au chapitre suivant, nous allons développer des cellules de caractérisation électromagnétique pour les composites à base de nanoparticules magnétiques utilisés au cours de cette thèse.

Conclusion

Les métamatériaux ont un rôle très prometteur à jouer dans les nouvelles technologies surtout dans le domaine de Télécommunications. Ce chapitre a été rédigé en quatre parties :

Dans la première partie, nous avons présenté la théorie fondamentale des métamatériaux après les avoir définis, fait leur historique, présenté leurs propriétés et cité quelques applications.

La deuxième section a été réservée à l'état de l'art sur les méta-lignes qui sont le domaine particulier sur lequel nous nous positionnons. Nous avons présenté trois approches différentes utilisant l'effet métamatériaux pour la réalisation des dispositifs de types méta-lignes en passant par une théorie de base de lignes de transmission. Nous avons porté une attention particulière aux applications dérivées dans le domaine des structures de propagation plane en configuration micro ruban et en configuration coplanaire.

Dans la troisième partie, nous avons présenté des dispositifs agiles en fréquence de type méta-ligne CRLH. Ainsi, nous avons montré quelques approches pour l'obtention de l'agilité existant dans la littérature : l'approche par commande de type MEMS, l'approche par éléments actifs, l'approche par film ferroélectrique et les approches matériaux magnétiques massifs.

Enfin, nous avons fait une description sur les structures nanoparticules magnétiques en portant une attention particulière à la maghémite après avoir fait un rappel sur le magnétisme et les composites magnétiques.

Dans la dernière partie, nous avons présenté une nouvelle voie de réalisation de dispositifs agiles en fréquences. Des résultats expérimentaux ont été présentés sur des structures méta-lignes CRLH agiles en fréquence. Nous avons montré que les propriétés attendues étaient là et que l'agilité était possible. Evidemment, l'agilité a été obtenue avec moins de pertes. Ce chapitre se termine par une étude comparative entre les deux approches matériaux magnétiques.

L'effet sol-gel magnétique a été observé sur les dispositifs afin d'avancer dans l'utilisation de cette technologie pour mise au point de structures agiles en fréquences, le chapitre suivant consistera à développer des méthodes de caractérisation électromagnétique de ces composites à bases de sol-gel magnétique dopée par des ferrofluides.

Développement des structures de caractérisation électromagnétique pour des composites magnétiques

Sommaire

Introduction	69
2.1 Généralités sur les méthodes de caractérisation	70
2.1.1 Méthode en espace libre	70
2.1.1.1 Avantages et inconvénients de la méthode en espace libre	72
2.1.2 Méthode en capacité parallèle	72
2.1.3 Méthodes en cavité résonante	73
2.1.3.1 Historique de la méthode cavité résonante	73
2.1.3.2 Principe de la méthode cavité résonante	74
2.1.3.3 Avantages et inconvénients de la méthode cavité résonante	75
2.1.4 Méthode de mesure en sonde coaxiale	76
2.1.4.1 Avantages et inconvénients de la méthode en sonde coaxial	76
2.1.5 Méthodes en lignes de transmission	77
2.1.5.1 Propagation dans une ligne coaxiale	77
2.1.5.2 Propagation dans une ligne coaxiale circulaire	78
2.1.5.3 Principe de la méthode en ligne de transmission	79
2.1.5.4 Avantages et inconvénients de la méthode en ligne de trans- mission	80
2.1.6 Méthodes en guide d'onde	81
2.1.6.1 Avantages et inconvénients de la méthode en guide d'onde	82
2.1.7 Etude comparative sur les principales méthodes de mesure	83
2.2 Technique de la cavité résonante	84
2.2.1 Principe de mesure de la méthode de perturbation	84

2.2.2	Mode choisi	86
2.2.3	Détermination de la permittivité et perméabilité	88
2.2.4	Permittivité et perméabilité effectives d'un milieu bicouche	88
2.2.5	Test numérique de fonctionnement	90
2.2.5.1	Paramètre de l'expérience	90
2.2.5.2	Application de la méthode	91
2.2.5.3	Caractérisation diélectrique	91
2.2.5.4	Caractérisation magnétique	93
2.3	Extension fréquentielles grâce à l'étude CPW	96
2.3.1	Définition d'une ligne de transmission	96
2.3.2	Description de la cellule coplanaire	96
2.3.2.1	Pertes dans la ligne coplanaire	98
2.3.2.2	Avantages de la ligne coplanaire	98
2.3.2.3	Calcul de l'impédance caractéristique de la ligne coplanaire	98
2.3.3	Simulation	100
2.3.3.1	Présentation de l'outil de simulation	100
2.3.3.2	Conception de la cellule	102
2.3.3.3	Etude avec ferrite isotrope	103
2.3.3.4	Variation de propriétés électromagnétiques du composite	108
2.3.3.5	Etude avec effets anisotropes	111
	Conclusion	116

Introduction

L'objectif de ce chapitre est de mettre en place une technique de caractérisation électromagnétique de composites à bases de nanoparticules magnétiques adaptée à notre besoin. Nous présentons d'abord un panorama des méthodes de caractérisation électromagnétiques de matériaux en général. Les méthodes de caractérisation électromagnétique en haute fréquence décrites dans la littérature, présentent une grande variété d'approches. Bien que nombreuses, elles sont généralement divisées en deux grandes groupes : Bande étroite (espace libre, cavité résonante) et large bande (ligne de transmission, guide d'onde). Parmi celles-ci, aucune technique ne peut caractériser tous les matériaux sur une bande de fréquence entière. Concernant les incertitudes de mesures, chacune d'elles a ses avantages et ses inconvénients dépendant de la bande de fréquence, des matériels, des techniques de mesures et des applications etc. . .

De façon générale, pour caractériser en microonde un matériau donné, un échantillon est placé sur le trajet d'une onde électromagnétique, en espace libre soit 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.

Dans la première section de ce chapitre, nous décrirons quelques méthodes de caractérisation électromagnétique existantes dans la littérature qui pourraient correspondre à nos attentes, à savoir la méthode en espace libre, la méthode en cavité résonnante, la méthode en ligne de transmission et celle en guide d'onde.

Dans la deuxième partie, nous allons présenter la méthode de caractérisation choisie pour mesurer les constantes diélectrique et magnétique des sol-gels magnétiques que nous utilisons, méthode qui servira de point de départ à nos mesures. Notre choix portera sur la méthode en cavité résonante.

Dans la dernière section, nous présenterons la méthode que nous avons développée pour étendre sur une plus large bande de fréquence la caractérisation des composites à base de nanoparticules magnétiques. Ainsi, nous commencerons par des simulations sous HFSS pour choisir les cellules de mesures en technologie coplanaire.

2.1 Généralités sur les méthodes de caractérisation

Tous les matériaux ont un ensemble de caractéristiques électromagnétiques qui leurs sont spécifiques. L'étude et la maîtrise de ces propriétés sont indispensables afin de répondre aux exigences industrielles et de mieux intégrer les systèmes dans leur environnement. Comme nous l'avons mentionné dans l'introduction, il existe de nombreuses méthodes de caractérisation[78].

Dans n'importe quelle application, le choix de la méthode repose essentiellement sur des critères comme la bande de fréquence considérée, la complexité de l'analyse électromagnétique, la précision de mesure recherchée, la nature du matériau à caractériser, la cellule de mesure utilisée, le modèle de dépouillement des données et le domaine d'application. Il y a un facteur commun à toutes ces méthodes qui est la détermination des caractéristiques intrinsèques du matériau : la permittivité diélectrique, la perméabilité magnétique et la conductivité. Le principe de ces méthodes repose sur la mesure des paramètres S_{ij} d'une cellule chargée par le matériau en question, ce qui permet de remonter aux caractéristiques de ce dernier. Finalement, le problème est considéré résolu si on arrive à définir un modèle mathématique dans lequel les paramètres mesurables S_{ij} sont exprimés en fonction des inconnues du problème.

A l'exception de quelques cas particuliers, les équations reliant les paramètres mesurés et les grandeurs inconnues ne sont pas explicites, par conséquent elles sont difficiles à manipuler et nécessitent parfois un problème d'optimisation complexe.

Dans la suite de ce paragraphe, nous présentons les 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 à notre situation. Les avantages, les inconvénients et les limites de chacune de ces méthodes seront rappelés.

2.1.1 Méthode en espace libre

Cette méthode est une technique relativement ancienne. Elle nécessite des volumes d'échantillons importants pour des fréquences au-dessous de 10 GHz [79]. C'est une méthode à bande étroite et non destructive d'une part et ne nécessite pas de contacts entre l'échantillon et les outils de mesure d'autre part figure 2.1. Toutefois les échantillons à mesurer doivent être plans. Pour la caractérisation des matériaux à fortes pertes, cette méthode utilise un principe fiable en termes de temps et de mesure à bande étroite [81]. Le modèle mathématique pour déterminer les expressions complexes des constantes diélectriques et magnétiques à partir de paramètres S_{ij} impose que l'échantillon soit mince [81].

Quant aux matériaux à faibles pertes, une métallisation non reliée à la masse est mise en

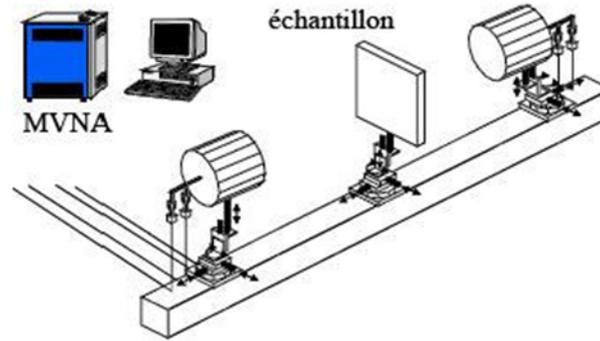


FIGURE 2.1 – Schéma du principe de la méthode de mesure en espace libre [80]

dessous de l'échantillon à caractériser pour diminuer les effets du rayonnement de l'onde [82].

Le principe de la méthode en espace libre est basé sur la mesure des coefficients de réflexion et de transmission à l'aide d'un analyseur vectoriel. La procédure de dépouillement de mesure est très rapide en raison de la simplicité de l'analyse électromagnétique. Sous l'hypothèse d'ondes planes, les paramètres S s'expriment en fonction des coefficients de réflexion et de transmission respectivement Γ et T [83].

Soit un échantillon d'épaisseur d , de permittivité relative ε_r et de perméabilité relative μ_r . Soient Γ et T respectivement les coefficients de réflexion à l'interface air-échantillon et de transmission à travers l'échantillon, on a alors :

$$S_{11} = \frac{\Gamma(1 - T^2)}{1 - \Gamma^2 T^2} \quad (2.1)$$

$$S_{21} = \frac{T(1 - \Gamma^2)}{1 - \Gamma^2 T^2} \quad (2.2)$$

Où le paramètre Γ est donné par :

$$\Gamma = k \pm \sqrt{k^2 - 1} \quad (2.3)$$

avec :

$$k = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 - 1}{2 \times S_{11}} \quad (2.4)$$

Le paramètre T est donné par l'expression suivante :

$$T = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})} = e^{-\gamma L} \quad (2.5)$$

où γ est la constante de propagation dans l'échantillon donnée par [84] :

$$\gamma = \gamma_0 \sqrt{\varepsilon_r \mu_r} \quad (2.6)$$

Avec :

$$\gamma_0 = j \frac{2\pi f_0}{3.10^8} \quad (2.7)$$

La combinaison de ces relations donne le système suivant :

$$\begin{cases} \varepsilon_r = \frac{\gamma_d(1-\Gamma)}{\gamma_0(1+\Gamma)} \\ \mu_r = \frac{\gamma_d(1+\Gamma)}{\gamma_0(1-\Gamma)} \end{cases} \quad (2.8)$$

Cette méthode est très utilisée dans le domaine des ondes centimétriques et millimétriques [85]. A ces fréquences les échantillons sont de dimensions latérales raisonnables (environ une dizaine de λ). On notera toutefois que les échantillons doivent présenter des surfaces planes. Cette technique présente des effets de diffraction aux bords de l'échantillon et des réflexions multiples entre les antennes et l'environnement de mesure qui sont les principales sources d'erreurs. Ces erreurs peuvent être corrigées en minimisant les réflexions par une combinaison des lentilles et d'antennes et en réalisant des fenêtrages temporels [81].

2.1.1.1 Avantages et inconvénients de la méthode en espace libre

a) Avantages

- mesures sur des matériaux dispersifs ;
- application d'un champ magnétique stationnaire possible sur des échantillons de petites tailles ;
- Peut être utilisée pour la mesure à haute fréquence ;
- Propriétés magnétiques et électriques qui peuvent être évaluées (en même temps).

b) Inconvénients

- Coût élevé et encombrement des équipements ;
- Faible précision des mesures pour des matériaux minces et flexibles à cause du fléchissement de l'échantillon ;
- Calibrage difficile du système de mesure ;
- Effets de diffraction au bord de l'échantillon si l'échantillon est trop petit.

2.1.2 Méthode en capacité parallèle

La méthode capacitive à plaque parallèle est la plus couramment utilisée pour la caractérisation des matériaux à basse fréquence, typiquement pour des fréquences inférieures à 100 MHz [86]. L'échantillon à caractériser, généralement de forme circulaire ou rectan-

gulaire, est placée entre deux plaques qui constituent la cellule de mesure. Ce modèle de la cellule de mesure est utilisé pour relier la partie réelle de la permittivité la tangente de pertes du matériau à tester. La capacité C 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 :

$$\varepsilon_r = \frac{D \times C_p}{S \times \varepsilon_0} + j \frac{D}{WR_p A \varepsilon_0} \quad (2.9)$$

Avec

$$C_p = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{S}{D} \quad (2.10)$$

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 [86]. Une attention particulière doit également être accordée à la diffusion qui se produit parfois quand un matériau est mis en contact avec le métal [87]. Ces méthodes sont limitées aux basses fréquences et ne permettent pas de mesurer la perméabilité. Elles pourraient toutefois servir à déterminer la valeur basse fréquence de la perméabilité de nos composites.

2.1.3 Méthodes en cavité résonante

Les méthodes en cavités résonantes ont une grande sensibilité et sont bien adaptées à la caractérisation des matériaux à faibles pertes. Elles présentent l'avantage d'être précises (environ 1%), mais les résultats sont obtenus uniquement à une fréquence particulière [88][89]. En réalité, 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 il se limite seulement aux échantillons à faibles pertes. L'analyse de la fréquence de résonance permet de remonter à la permittivité ;
- 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 fréquence de résonance. L'analyse de l'écart de la fréquence de résonance permet de remonter aux propriétés du matériau.

La caractérisation des matériaux sur une large bande micro-ondes (100 MHz à 100 GHz) requiert donc l'usinage d'une série de cavités de dimensions variant de quelques mètres à quelques millimètres ainsi que des échantillons de tailles spécifiques, d'où la limitation de cette technique à une bande plus petite (2 à 50 GHz). Ces méthodes peuvent être exploitées pour la mesure des constantes diélectriques élevées et matériaux anisotropes [90]. Elles sont également largement utilisées dans la mesure des propriétés électromagnétiques surtout les mesures diélectriques et tangentes de pertes sur une large plage de valeurs [91]. Les cavités peuvent avoir une forme géométrique quelconque. Les formes les plus classiques et les plus répandues sont les cavités métalliques rectangulaires ou cylindriques. La dimension est conçue selon la fréquence d'opération. Le schéma de mesure en cavité est représenté à la figure 2.2.

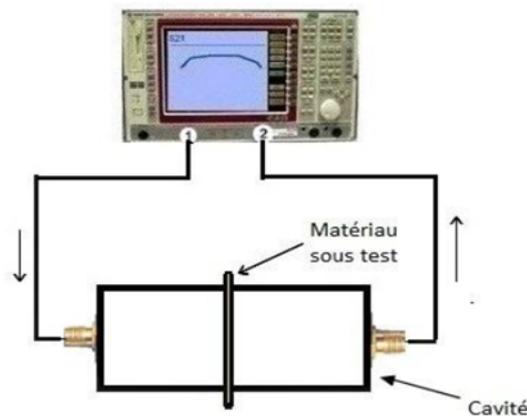


FIGURE 2.2 – Schéma du principe de la méthode de mesure en cavité

2.1.3.1 Historique de la méthode cavité résonante

C'est à partir des années 50 que les premières applications de techniques de perturbation pour la détermination de la permittivité relative furent développées en utilisant un échantillon cylindrique placé dans une cavité rectangulaire fonctionnant en modes TE. Des travaux sur les liquides et solides à faibles pertes ont montré des résultats sur les permittivités [92]. Un peu plus tard en 1960, l'utilisation d'une cavité cylindrique en modes TM a permis d'obtenir des facteurs de qualité plus élevés. Un cylindre de BaTiO₃ (échantillon cristallin) a été mesuré suivant l'axe de la cavité [93]. Cette technique a été utilisée pour mesurer la conductivité d'un conducteur ionique en 1972 [93]. En général, des petites ouvertures sur les parois de la cavité permettent d'introduire l'échantillon [94].

Les matériaux à fortes conductivités sont caractérisés par une faible profondeur de pénétration ; en plaçant l'échantillon en un champ magnétique maximum, cela entraîne un courant sur sa surface conductrice qui se traduit par des pertes par effets joule et par suite par une variation du facteur de qualité [95].

2.1.3.2 Principe de la méthode cavité résonante

Le principe de la méthode en cavité résonante consiste à placer le matériau dans une cavité résonnante et à remonter à la valeur de ε à partir de la variation de la fréquence de résonance et du facteur de qualité de la cavité (figure 2.3) [96].

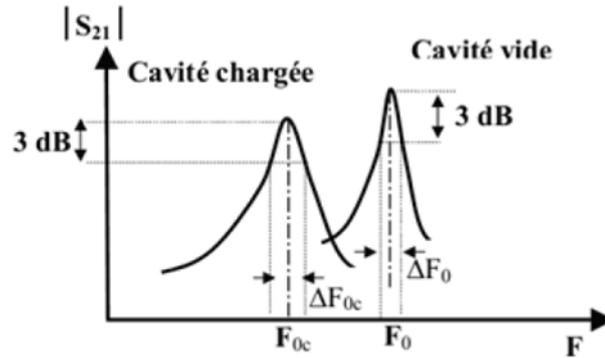


FIGURE 2.3 – Réponse en transmission d'une cavité résonnante [96]

Un exemple d'une cavité rectangulaire est présenté à la figure 2.4 avec « a », « b » et « d » représentent les dimensions de la structure. Les paramètres d'une telle structure sont essentiellement la fréquence de résonance, le facteur de qualité et les pertes.

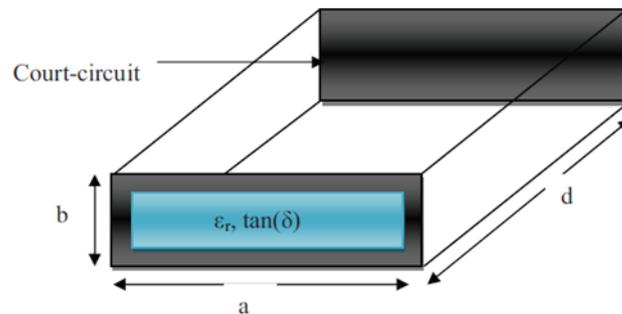


FIGURE 2.4 – Cavité rectangulaire totalement remplie du matériau sous test [97]

La fréquence de résonance f_r de la cavité est donnée par l'expression générale suivante :

$$f_r(m, n, p) = \frac{C}{2\pi\sqrt{\varepsilon_r}} \sqrt{\left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 + \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2 + \left(\frac{p\pi}{d}\right)^2} \quad (2.11)$$

Avec m,n et p les indices du mode excité de cette structure.

Le facteur de qualité Q_0 à vide de la cavité est donné par :

$$Q_0 = \frac{\Delta f}{f_0} \quad (2.12)$$

Où f_0 la fréquence de résonance à vide et Δf largeur de bande à -3dB.

Les méthodes résonantes sont des méthodes de caractérisation les 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 pertes sont définies comme la différence de la puissance d'entrée et de sortie à la fréquence de résonance et sont déterminées en fonction des paramètres de transmission et de réflexion :

$$pertes = 1 - |S_{21}|^2 - |S_{11}|^2 \quad (2.13)$$

Ils existent plusieurs méthodes résonantes dans la littérature qui couvrent les domaines centimétriques et millimétriques. Les plus utilisées sont basées sur des résonateurs en mode de galerie [98], les résonateurs Fabry-Perot, des cylindres à fentes, la cavité entrante [99], etc.

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

2.1.3.3 Avantages et inconvénients de la méthode cavité résonante

a) Avantages

- 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 ;
- La précision des résultats y compris pour des matériaux faibles pertes.

b) Inconvénients

- Le besoin d'un analyseur de fréquences à haute résolution ;
- La bande de mesure est très étroite ;
- Mal adaptée si les pertes sont importantes ;
- La majorité des méthodes développées ne traitent que de la caractérisation diélectrique.

2.1.4 Méthode de mesure en sonde coaxiale

C'est l'une des techniques les plus commodes et fréquemment utilisée pour mesurer les matériaux à pertes y compris les matériaux liquides et tissus biologiques [100] en haute fréquences et en micro-ondes [101]. Elle est constituée d'une ligne coaxiale équipée d'une sonde plaquée contre le matériau sous test figure 2.5. Les grandeurs cherchées (souvent la permittivité relative complexe) sont directement liées au coefficient de réflexion Γ mesuré à l'entrée de la sonde [102].

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. L'espace d'air entre la sonde et l'échantillon peut devenir extrêmement influent dans la mesure de la permittivité. Il est souhaitable de diminuer autant que pos-

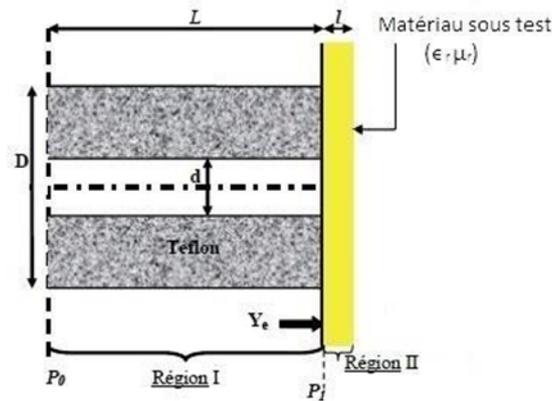


FIGURE 2.5 – Sonde coaxiale et de son circuit électrique équivalent

sible l'espace d'air entre la sonde et l'échantillon sous test pour avoir une bonne précision de mesure.

2.1.4.1 Avantages et inconvénients de la méthode en sonde coaxial

a) Avantages

- Préparation de l'échantillon facile, ne nécessite aucun usinage ;
- 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.

b) Inconvénients

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

2.1.5 Méthodes en lignes de transmission

Ces méthodes sont basées sur la détermination des paramètres de propagation (impédance caractéristique Z_C et constante de propagation γ) en présence du matériau.

En effet, la mesure de ces paramètres permet théoriquement de remonter aux propriétés du matériau à caractériser. L'extraction des paramètres Z_C et γ se fait soit par l'utilisation des paramètres S_{ij} en Réflexion-Transmission, soit en réflexion seule dans deux configurations (ligne en court-circuit et ligne en circuit ouvert) [103].

Il existe dans la littérature un grand nombre de structures propagatives permettant la caractérisation des matériaux en général [104]. Les structures propagatives en ligne de transmission utilisées pour caractériser les matériaux sont en configuration micro-ruban, coplanaire, coaxiale bifilaire, etc.

Les structures planaires sont aussi bien adaptées à la caractérisation des matériaux en couches minces qu'aux matériaux en couches épaisses [105]. Le choix d'une structure dé-

pend des objectifs et critères de la caractérisation ; rapidité, simplicité et précision mais aussi type et volume de matériau disponible.

La structure de caractérisation des matériaux peut être définie en fonction du type de mode se propageant dans la structure (TEM, Quasi-TEM, TE, TM et hybride) [106].

2.1.5.1 Propagation dans une ligne coaxiale

Il a été montré que le concept de ligne de transmission peut être défini par son impédance caractéristique et sa phase globale [107]. Soit un quadripôle défini par son entrée (port1) et sa sortie (port 2) figure 2.6.

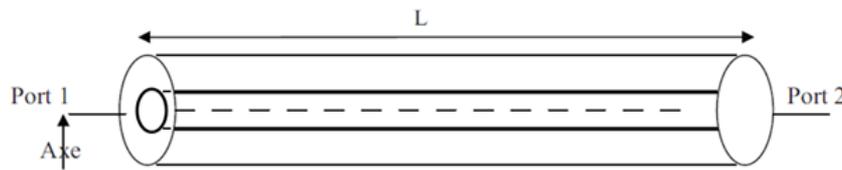


FIGURE 2.6 – Structure de transmission à deux ports

Cette structure (figure 2.6) peut être simplifiée par un schéma électrique équivalent qui fait appel à la notion d'impédance série et admittance parallèle respectivement Z_S et Y_P figure 2.7.

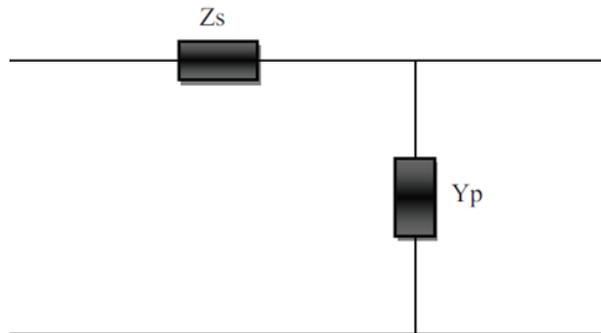


FIGURE 2.7 – Schéma électrique équivalent d'une ligne de transmission

L'impédance caractéristique Z_C , la constante de propagation γ et la phase φ du modèle équivalent figure 2.7 sont définies respectivement par les équations suivantes :

$$Z_C = \sqrt{\frac{Z_s}{Y_p}} \quad (2.14)$$

$$\gamma = \alpha + j\beta = \sqrt{Z_s Y_p} \quad (2.15)$$

$$\varphi = \sqrt{Z_s Y_p} l \quad (2.16)$$

Les paramètres Z_S et Y_P sont données par les équations présentées dans [107].

Soit Z_n l'impédance de normalisation de mesure (en général 50Ω) alors les coefficients de

réflexion Γ et de transmission T sont exprimés par :

$$\Gamma = \frac{Z_c - Z_n}{Z_c + Z_n} \quad (2.17)$$

$$T = e^{-\varphi l} \quad (2.18)$$

Les coefficients Γ et T sont déterminés à partir de paramètres S_{ij} .

2.1.5.2 Propagation dans une ligne coaxiale circulaire

La ligne coaxiale circulaire est une géométrie de référence figure 2.8 en milieu isotrope homogène [108]. Elle permet de caractériser les matériaux de type granulaire, liquide, solide et gazeux [109].

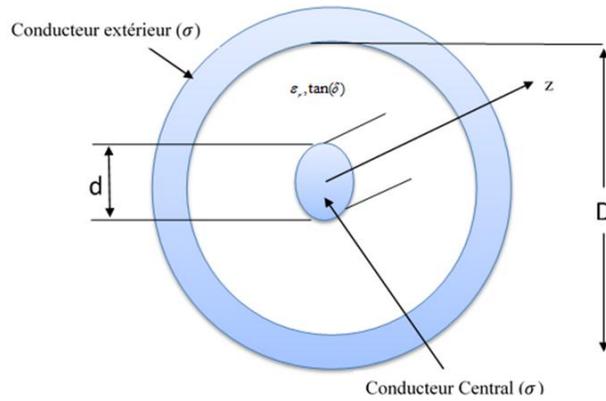


FIGURE 2.8 – Ligne coaxiale

Les différentes relations d'extraction peuvent être établies en fonction des modes de propagation dans une ligne de transmission. La constante de propagation γ peut se mettre sous forme d'un complexe contenant deux parties : une partie réelle traduisant les pertes ou constante d'atténuation et une partie imaginaire appelée constante de phase traduisant la variation de phase de l'onde dans la direction de la propagation.

- Si le mode est TEM pur ($H_z = E_z = 0$) et que l'on considère les conducteurs parfaits et les diélectriques sans pertes, les paramètres de propagation de la ligne deviennent :

$$\begin{cases} Z_c = \sqrt{\frac{L_0}{C_0}} \\ \gamma = \alpha + j\beta = j\sqrt{L_0 C_0} \end{cases} \quad (2.19)$$

- Si le mode est quasi-TEM sans pertes métalliques, cette fois-ci on considère une approximation de faibles pertes, les caractéristiques de la propagation sont données par :

$$\begin{cases} Z_c = Z_0 \sqrt{1 - j \tan(\delta_c)} \approx Z_0 - j \frac{Z_0}{2} \tan(\delta_c) \\ \gamma = j\beta_0 \sqrt{1 - j \tan(\delta_c)} \approx j\beta_0 + \frac{\beta_0}{2} \tan(\delta_c) \end{cases} \quad (2.20)$$

- Si le mode est TEM avec pertes métalliques et diélectriques et que l'on introduit les propriétés de diélectriques au cas précédent, les paramètres de la propagation de ligne deviennent :

$$\begin{cases} Z_c = \frac{Z_0}{\sqrt{\epsilon_r}} \frac{\sqrt{1-j \tan(\delta_c)}}{\sqrt{1-j \tan(\delta_d)}} \approx \frac{Z_0}{\sqrt{\epsilon_r}} - j \frac{Z_0}{2\sqrt{\epsilon_r}} (\tan(\delta_c) - \tan(\delta_d)) \\ \gamma = j\beta_0 \sqrt{\epsilon_r} \sqrt{1-j \tan(\delta_c) - j \tan(\delta_d)} \approx \frac{\beta_0}{2} \sqrt{\epsilon_r} (\tan(\delta_c) + \tan(\delta_d)) + j\beta_0 \sqrt{\epsilon_r} \end{cases} \quad (2.21)$$

Dans ces différentes relations, δ_c est l'angle des pertes dans le conducteur, δ_d pertes dans le diélectrique, Z_0 l'impédance de normalisation et β_0 est la constante de phase.

2.1.5.3 Principe de la méthode en ligne de transmission

La mesure des paramètres S_{ij} (figure 2.9) s'effectue par l'analyseur vectoriel de réseaux (VNA) et permet de remonter théoriquement aux caractéristiques de la ligne à partir des équations analytiques établies précédemment. Ainsi, pour extraire les paramètres de propagation d'une ligne, deux mesures de constante de propagation permettent de remonter à ϵ_r et $\tan(\delta_c)$ [78]. Toute ligne de transmission peut être modélisée par un schéma élec-

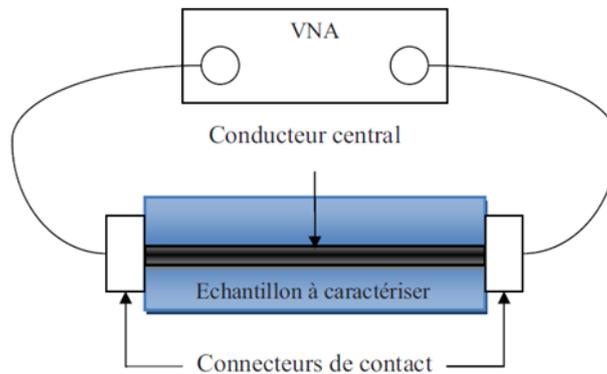


FIGURE 2.9 – Mesure des paramètres S d'une ligne de transmission

trique équivalent en fonction des constantes de propagation (Z_c et γ) Figure 2.10, avec Z_{ent} son impédance d'entrée et Z_R est l'impédance de charge reliée à cette ligne. L'impédance

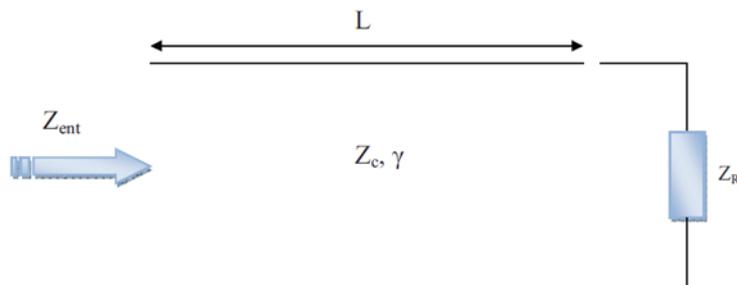


FIGURE 2.10 – Modèle équivalent d'une ligne de transmission chargée

d'entrée de cette ligne chargée figure 2.10 est donnée par l'expression suivante :

$$Z_{ent} = Z_c \frac{Z_R - Z_c \tanh(\gamma l)}{Z_c - Z_R \tanh(\gamma l)} \quad (2.22)$$

- Si la ligne est court-circuitée ($Z_R=0$), l'équation 2.20 se résume à :

$$Z_{ent} = Z_c \tanh(\gamma l) = Z_n \frac{1 + \Gamma^{cc}}{1 - \Gamma^{cc}} \quad (2.23)$$

Avec Γ^{cc} le coefficient de réflexion en court-circuit et Z_n l'impédance de normalisation.

- Si la ligne est en circuit ouvert ($Z_R=\infty$), Z_{ent} devient alors :

$$Z_{ent} = \frac{Z_c}{\tanh(\gamma l)} = Z_n \frac{1 + \Gamma^{co}}{1 - \Gamma^{co}} \quad (2.24)$$

Où Γ^{co} , le coefficient de réflexion en circuit ouvert

- Si la ligne est considérée sans pertes ($\gamma = j\beta_0$), les paramètres de propagation deviennent :

$$\begin{cases} Z_c = \sqrt{Z_{cc}Z_{co}} \\ \gamma l = \tanh^{-1}\left(\frac{Z_{cc}}{\sqrt{Z_{cc}Z_{co}}}\right) \end{cases} \quad (2.25)$$

En faisant deux mesures en présence d'un matériau d'impédance Z_m , nous pouvons écrire :

$$\frac{Z_0}{Z_m} = \frac{\sqrt{\varepsilon_r} \tanh(j\varphi_0)}{\tanh(j\varphi_0\sqrt{\varepsilon_r})} \quad (2.26)$$

Avec $\varphi_0 = \beta_0 \ell$

Cette relation(2.26) montre la nécessité d'une méthode numérique itérative pour extraire ε_r (exemple : cellule de Newton-Raphson). Dans certain cas, l'utilisation du court-circuit mobile permet d'avoir une ligne idéale de ε_r avec une erreur inférieure à 5% [110].

2.1.5.4 Avantages et inconvénients de la méthode en ligne de transmission

a) Avantages

- Les lignes coaxiales et guides d'ondes sont couramment utilisées pour mesurer des échantillons à pertes moyenne et forte ;
- Elles peuvent être utilisées pour déterminer à la fois la permittivité et la perméabilité ;
- C'est une méthode large bande si la cellule est une ligne de transmission TEM.

b) Inconvénients

- La précision des mesures est limitée par les effets d'espace d'air dans la cellule ;
- La préparation des échantillons peut être relativement difficile ;

- Pour des lignes ouvertes, il peut y avoir des pertes par rayonnement qui complexifie l'extraction

2.1.6 Méthodes en guide d'onde

La mesure s'effectue en plaçant l'échantillon à caractériser dans une section de guide d'onde. Ensuite, à partir des valeurs des paramètres S (transmission/réflexion) mesurées par un analyseur de réseau vectoriel on calcule les propriétés électromagnétiques (figure 2.11).

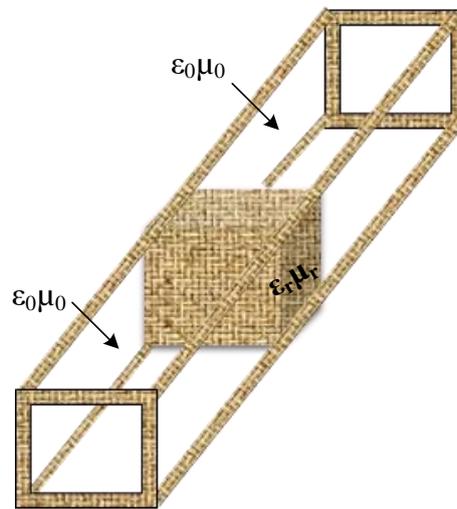


FIGURE 2.11 – Schéma d'un guide d'onde rectangulaire rempli d'un matériau à caractériser

Les propriétés électromagnétiques ne peuvent être déterminées facilement que dans la bande de fréquence où se propage uniquement le mode fondamental du guide. Cette bande dépend de la géométrie du guide. Pour un guide rectangulaire, la bande de fréquence opérationnelle commence à partir de la fréquence de coupure de ce mode, cela est dû à la condition de propagation dans un guide d'onde. Lorsque l'échantillon à caractériser est fragile, il est placé sur un support dont la permittivité est connue. L'exploitation analytique des paramètres S_{ij} mesurés suppose que seul le mode fondamental se propage dans la cellule de mesure et dans l'échantillon. Ceci exige un contact parfait entre les parois de la cellule et l'échantillon.

Lorsque ces précautions ne sont pas prises en compte, des incertitudes importantes sur les grandeurs mesurées seront observées. A cet effet, plusieurs méthodes sont proposées pour améliorer la précision de mesure et pour s'affranchir des problèmes liés aux lames d'air [96]. Pour des fréquences plus basses, les dimensions des guides deviennent rapidement élevées (exemple : le grand coté du guide fonctionnant en bande 350 à 530 MHz vaut 53.34 cm). Alors qu'une seule ligne coaxiale suffit pour caractériser toute cette bande avec des

dimensions beaucoup plus petites [96].

Les équations liant les paramètres S_{ij} mesurés et les caractéristiques des matériaux sont :

$$S_{11} = \frac{(1 - t^2) \rho}{1 - t^2 \rho^2} \quad (2.27)$$

$$S_{21} = \frac{(1 - \rho^2) t}{1 - t^2 \rho^2} \quad (2.28)$$

$$\varepsilon_r = \frac{\left(-\frac{\ln(t)}{j2\pi d} \times \frac{C}{f}\right)^2 - \left(\frac{f_c}{C}\right)^2}{\mu_r} \quad (2.29)$$

$$\mu_r = \frac{1 + \rho}{1 - \rho} \times \frac{j \ln(t)}{2\pi d} \times \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{f}{C}\right)^2 - \left(\frac{f_c}{C}\right)^2}} \quad (2.30)$$

$$\rho = \frac{\sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} - 1}{\sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} + 1} \quad (2.31)$$

$$t = e^{-j\frac{\omega}{C}\sqrt{\mu\varepsilon}d} \quad (2.32)$$

Avec :

t : Terme de propagation entre les faces avant et arrière de l'échantillon

ρ : Coefficient de réflexion sur l'interface air/échantillon ;

f : Fréquence du travail

f_c : Fréquence de coupure du mode fondamental de propagation (généralement le TE₁₀ dans un guide rectangulaire standard)

d : Épaisseur de l'échantillon

C : Célérité d'une onde dans le vide

ε et μ : Caractéristiques électromagnétiques de l'échantillon à mesurer

2.1.6.1 Avantages et inconvénients de la méthode en guide d'onde

a) Avantage

- Faible coût ;
- Calibrage simple ;
- Mesure échantillons minces.

b) Inconvénients

- Impossibilité de mesure des paramètres S_{ij} des matériaux magnétiques ;
- Nécessité de remplissage total du guide ;
- Champ magnétisant négligé ;
- Échantillon très minces difficiles à caractériser.

2.1.7 Etude comparative sur les principales méthodes de mesure

Le choix d'une cellule de caractérisation dépend de la précision recherchée des différents paramètres électriques du matériau (tableau 2.1). Il existe deux classes de méthodes de caractérisation à savoir les méthodes large bandes et celles à bande étroite.

Méthodes	mesure	propriétés	bande	erreur	pertes
Espace libre	S_{ii} et/ou S_{ij}	ϵ_r et/ou μ_r	large ou étroite	- -	$\succ 10^{-2}$
Cavité résonante	S_{ii} ou S_{ij}	ϵ_r ou μ_r	fréquence unique	$\prec 2\%$ sur ϵ_r	$\prec 10^{-3}$
Ligne de transmission	S_{ii} et S_{ij}	ϵ_r et μ_r	large	$\prec 5\%$ sur ϵ_r	$\succ 10^{-3}$
Guide d'onde	S_{ii} et/ou S_{ij}	ϵ_r et/ou μ_r	plutôt faible	- -	$\succ 10^{-2}$

TABLE 2.1 – Comparaison sur les principales méthodes de caractérisation

Nous constatons sur ce tableau que la méthode en espace libre est limitée à des tangentes de pertes supérieures à 10^{-2} en raison des pertes importantes induites par son principe. Par contre, la méthode de la ligne de transmission permet de caractériser des matériaux de différentes formes comme plaquettes, granulaires etc. En particulier dans la configuration coaxiale, cette méthode fournit une bonne précision sur la permittivité. La technique en cavité résonante donne une meilleure précision mais pour une fréquence unique. Toutes ces méthodes présentent chacune des avantages et inconvénients. Comme nous l'avons vu précédemment, 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 du matériau (ϵ_r et $\tan(\delta)$) mais aussi sur la perméabilité, la largeur de la bande de fréquences, la facilité de préparation des échantillons et aussi, selon les cas, la capacité de fonctionnement dans un environnement maîtrisé (haute température, basse température, hygrométrie, vide, ...). Etant donné que ce qui est recherché est souvent sur la bonne précision de mesure et sur une large bande de fréquences, il paraît intéressant de faire la combinaison entre elles pour obtenir des méthodes hybrides très efficaces permettant d'exploiter leurs avantages communs.

Ainsi, après avoir fait un tour d'horizon des méthodes de caractérisation électromagnétiques, nous avons choisi de travailler avec deux méthodes de caractérisation différentes que nous allons utiliser pour la mesure de nos composites à base de nanoparticules magnétiques. Elles seront présentées aux sections suivantes.

2.2 Technique de la cavité résonante

La méthode de perturbation occupe une place importante parmi les techniques utilisées pour caractériser les matériaux diélectriques et les ferrites dans le domaine des hyperfréquences [111]. Cette méthode est basée sur l'utilisation d'un échantillon petit en volume et placé dans la cavité [112]. Les propriétés électromagnétiques (modes et allures de champs) restent globalement inchangées. Par cette approximation et à partir de l'analyse électromagnétique de la cavité on pourra alors déduire les expressions des permittivité et perméabilité, en considérant que les modifications observées sur la résonance sont directement liées aux propriétés électromagnétiques de l'échantillon.

La permittivité complexe ε^* est un paramètre constitutif essentiel pour la description macroscopique du milieu diélectrique. Elle donnée par :

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon'' \quad (2.33)$$

ε' et ε'' représentent respectivement les parties réelle (composante non dissipative) et imaginaire (composante dissipative) de la permittivité.

De même, la perméabilité μ^* complexe est un paramètre également constitutif nécessaire pour la description macroscopique du milieu magnétique. Elle est donnée par l'expression :

$$\mu^* = \mu' - j\mu'' \quad (2.34)$$

μ' et μ'' sont respectivement les parties réelle et imaginaire de la perméabilité. C'est une grandeur qui n'est pas constante en réalité et qui dépend de l'excitation magnétique extérieure. Pour un matériau donné, les paramètres constitutifs (permittivité et perméabilité) ne sont pas des valeurs constantes mais dépendent de plusieurs paramètres tels que la température, la fréquence, l'excitation magnétique extérieure, l'humidité...

Lorsqu'un matériau magnétique est aimanté, sa perméabilité magnétique est une grandeur tensorielle en hyperfréquence. Lorsque le matériau magnétique est saturé, les moments magnétiques seront tous alignés. La détermination de la permittivité et de la perméabilité s'effectuera par la méthode de perturbations de la cavité résonante. L'extraction de ces paramètres électromagnétiques se fait à partir des mesures des paramètres de réflexion (S_{11}).

2.2.1 Principe de mesure de la méthode de perturbation

Cette méthode utilise comme principe fondamental, l'insertion d'un petit échantillon dans la zone où le champ électrique est maximal pour la mesure de la permittivité ou à l'endroit où le champ magnétique est maximal pour la mesure de perméabilité. La

mise en place de l'échantillon 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 (Δf) ainsi que la mesure de facteur de qualité (ΔQ) permettent de déterminer les propriétés électromagnétiques de l'échantillon. La figure 2.12 (a) illustre une configuration de la cavité à vide et la figure 2.12 (b) montre la cavité chargée (perturbée) par l'échantillon. Il faut noter que l'échantillon peut être diélectrique ou magnétique.

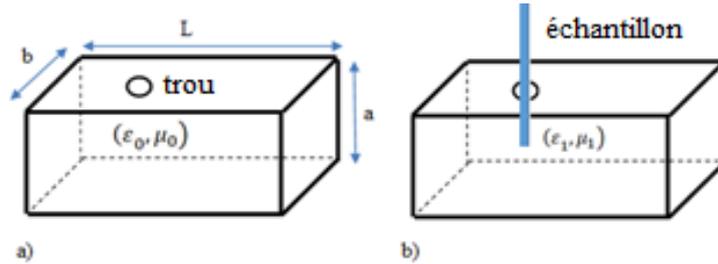


FIGURE 2.12 – Configurations de la cavité résonante (a) Cavité à vide, (b) Cavité à chargée

A partir des équations de Maxwell présentées et détaillées dans [113] pour les deux états de la cavité, on obtient l'équation générale de cette méthode sous la forme [114] :

$$\frac{\omega_1 - \omega_2}{\omega_1} = \frac{-\int_{V_e} (\varepsilon_1 - \varepsilon_0) \vec{E}_1 * \vec{E}_0 dv + \int_{V_e} (\mu_1 - \mu_0) \vec{H}_1 * \vec{H}_0 dv}{2\varepsilon_0 \int_{V_c} |\vec{E}_1|^2 dv} \quad (2.35)$$

Si l'échantillon est diélectrique ($\mu_1 = \mu_0$), l'équation précédente se réduit à :

$$\frac{\omega_1 - \omega_2}{\omega_1} = \frac{-(\varepsilon_1 - \varepsilon_0) \int_{V_e} \vec{E}_1 * \vec{E}_0 dv}{2\varepsilon_0 \int_{V_c} |\vec{E}_1|^2 dv} \quad (2.36)$$

E_0 et E_1 désignent respectivement le champ dans la cavité vide et chargée.

Si la cavité présente des pertes d'énergie, la pulsation va être considérée comme une grandeur complexe donnée par l'expression suivante :

$$\omega = \omega_r - j\omega_i \quad (2.37)$$

où ω_r et ω_i représentent respectivement les pulsations réelles et imaginaires de la cavité dans les deux cas.

Le facteur de qualité Q est alors donné par l'expression suivante :

$$Q = \frac{\omega_r}{2\omega_i} \quad (2.38)$$

Suite à l'introduction de l'échantillon dans la cavité, on obtient l'expression de la variation

complexe par :

$$\frac{\Delta\omega}{\omega} = \left[\frac{f_{r1} - f_{r0}}{f_{r0}} + j \left(\frac{1}{2Q_{r1}} - \frac{1}{2Q_{r0}} \right) \right] \left[1 - j \frac{1}{2Q_{r1}} \right] \quad (2.39)$$

En négligeant le terme $\frac{1}{2Q_{r1}}$ devant l'unité, l'équation ci-dessus se réduit à :

$$\frac{\Delta\omega}{\omega} = \left[\frac{f_{r1} - f_{r0}}{f_{r0}} + j \left(\frac{1}{2Q_{r1}} - \frac{1}{2Q_{r0}} \right) \right] \quad (2.40)$$

La formule de la méthode de perturbation qui permettra de calculer la permittivité d'un matériau à partir de la mesure des deux grandeurs (fréquence de résonance et facteur de qualité) est donnée par :

$$\frac{f_{r1} - f_{r0}}{f_{r0}} + j \left(\frac{1}{2Q_{r1}} - \frac{1}{2Q_{r0}} \right) = \frac{-(\varepsilon_1 - \varepsilon_0)}{2\varepsilon_0} N \quad (2.41)$$

Avec N est le coefficient de remplissage donnée par :

$$N = \frac{\int \vec{E}_1 * \vec{E}_0 dV}{\int |\vec{E}_1|^2 dV} \quad (2.42)$$

Cette formule permet également de calculer la perméabilité d'un matériau à partir de la mesure des deux grandeurs (fréquence de résonance et facteur de qualité) est donnée par :

$$\frac{f_{r1} - f_{r0}}{f_{r0}} + j \left(\frac{1}{2Q_{r1}} - \frac{1}{2Q_{r0}} \right) = \frac{-(\mu_1 - \mu_0)}{2\mu_0} N \quad (2.43)$$

Avec N un coefficient donnée par :

$$N = \frac{\int \vec{H}_1 * \vec{H}_0 dV}{\int |\vec{H}_1|^2 dV} \quad (2.44)$$

Le paramètre de remplissage N peut être déterminé soit par une analyse théorique à partir des expressions de champs électromagnétiques E et H ou soit par l'expérience en utilisant un matériau de caractéristiques électromagnétiques connues. Il faut remarquer que pour les matériaux magnétiques on obtient des formules analogues en intervertissant ϵ et E avec μ et H.

2.2.2 Mode choisi

Nous allons utiliser une cavité de forme rectangulaire développée au laboratoire qui résonne sur le 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 maximale (et $H=0$) figure 2.13.

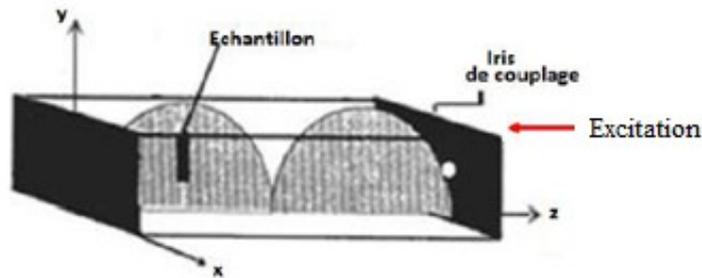


FIGURE 2.13 – Représentation du champ électrique dans la cavité en mode TE_{102}

On observe sur la figure 2.13 que le champ électrique du mode TE_{102} n'a alors qu'une seule composante donnée par :

$$E_y = -jE_{0y} \sin\left(\frac{2\pi}{a}x\right) \sin\left(\frac{2\pi}{c}z\right) \quad (2.45)$$

En supposant que le champ électrique de l'échantillon diélectrique est constante ($\vec{E}_1 = \vec{E}_0$) et après calcul des intégrales sur l'expression de coefficient de remplissage N on a :

$$N = 4 \frac{V_e}{V_c} \quad (2.46)$$

Avec V_e et V_c respectivement les volumes de l'échantillon et de la cavité. Le volume de la cavité est donnée par :

$$V_c = a \times b \times c \quad (2.47)$$

Par contre le champ magnétique dans la cavité a deux composantes H_x et H_z . Mais comme on se place à $\frac{\lambda_g}{4}$ du court-circuit, H_z est nul ce qui permet d'écrire :

$$\int |\vec{H}_1|^2 dv = H_0^2 \int \left(\sin\left(\frac{\pi}{a}x\right) \cos\left(\frac{\pi}{c}z\right)\right)^2 dx dy dz = H_0^2 \frac{abc}{4} = H_0^2 \frac{V_c}{4} \quad (2.48)$$

Pour l'extraction de la perméabilité, il faut utiliser une cavité identique mais le trou de remplissage est situé à $\lambda/4$ (zone où le champ électrique est minimal).

La figure 2.14 présente la position de l'échantillon dans la cavité pour l'extraction de la perméabilité.

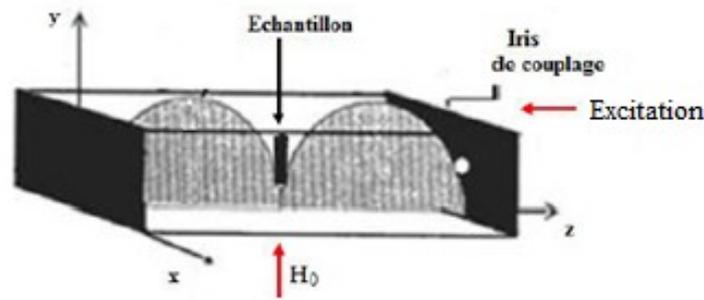


FIGURE 2.14 – Représentation du champ électrique et de l'échantillon dans la cavité

2.2.3 Détermination de la permittivité et perméabilité

La permittivité et perméabilité relatives du matériau sont des grandeurs complexes. La détermination de ces grandeurs va dépendre des volumes de l'échantillon et de la cavité ainsi que des paramètres déterminés à partir des mesures (fréquence de résonance et facteur de qualité).

Les parties réelle et imaginaire de la permittivité relative sont données par les expressions suivantes :

$$\varepsilon' = 1 + \frac{\Delta f V_c}{2f_0 V_e} \quad (2.49)$$

$$\varepsilon'' = \left(\frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_0} \right) \frac{V_c}{V_e} \quad (2.50)$$

où $\Delta f = f_0 - f_1$ avec f_0 , f_1 et Q_0 , Q_1 sont respectivement les fréquences de résonance et facteurs de qualité propres à la cavité à vide et à charge.

Les parties réelle et imaginaire de la perméabilité relative sont données par les expressions suivantes :

$$\mu' = 1 + \frac{\Delta f V_c}{2f_0 V_e} \quad (2.51)$$

$$\mu'' = \left(\frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_0} \right) \frac{V_c}{V_e} \quad (2.52)$$

où $\Delta f = f_0 - f_1$ avec f_0 , f_1 et Q_0 , Q_1 sont respectivement les fréquences de résonance et facteurs de qualité propres à la cavité à charge non aimantée et à charge aimantée.

2.2.4 Permittivité et perméabilité effectives d'un milieu bicouche

Notre problème va consister à caractériser des sol-gels magnétiques déposés principalement sur des substrats d'alumine. Introduire nos échantillons dans la cavité va obligatoirement induire des modifications pour lesquelles il n'est pas possible en l'état de séparer les propriétés du substrat de celle du dépôt magnétique.

Nous allons donc étudier dans ce qui suit le problème d'un matériau bicouche introduit dans la cavité. Si on considère deux échantillons rectangulaires figure 2.15 de volumes respectifs V_1 et V_2 données par :

$$V_1 = S_1 \times d_1 \quad (2.53)$$

$$V_2 = S_2 \times d_2 \quad (2.54)$$

où S_1 , S_2 et d_1 , d_2 les surfaces et épaisseurs respectives de l'échantillon 1 et 2 (qui vont correspondre dans notre cas au substrat et au dépôt réalisé sur ce dernier).

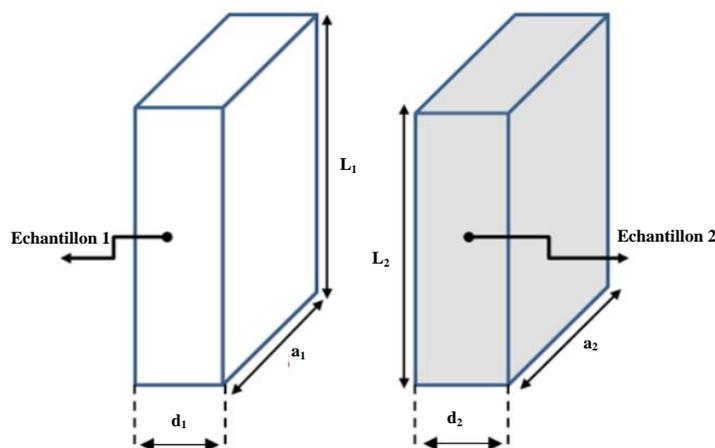


FIGURE 2.15 – Configuration en 3D de deux échantillons

Les permittivités complexes respectives de ces deux échantillons sont données par les expressions suivantes :

$$\varepsilon_1 = \varepsilon'_{r1} - j\varepsilon''_{r1} \quad (2.55)$$

$$\varepsilon_2 = \varepsilon'_{r2} - j\varepsilon''_{r2} \quad (2.56)$$

D'après l'équation (2.47), la permittivité ε'_r pour chaque échantillon est donnée par :

$$\varepsilon'_{r1} = 1 + \frac{f_0 - f_1}{2f_0} \frac{V_c}{S_1 d_1} \quad (2.57)$$

$$\varepsilon'_{r2} = 1 + \frac{f_0 - f_2}{2f_0} \frac{V_c}{S_2 d_2} \quad (2.58)$$

A partir de ces deux expressions de ε'_r pour les deux échantillons on obtient la relation suivante :

$$d_1 \varepsilon'_{r1} + d_2 \varepsilon'_{r2} = d_1 + d_2 + \frac{f_0 - f_1}{2f_0} \frac{V_c}{S_1} + \frac{f_0 - f_2}{2f_0} \frac{V_c}{S_2} \quad (2.59)$$

Si on considère un empilement bicouche constitué des deux échantillons 1 et 2, la variation de la fréquence de résonance provoquée par la présence de l'échantillon dans la cavité est

supposée être dépendante des propriétés diélectriques moyennes de celui-ci. Supposons que ces échantillons ont la même surface ($S_1 = S_2$) on déduit alors cette équation :

$$\frac{d_1 \varepsilon'_{r1} + d_2 \varepsilon'_{r2}}{d_1 + d_2} = 1 + \frac{V_c}{2(V_1 + V_2)} \left(\frac{f_0 - f_m}{f_0} \right) \quad (2.60)$$

Avec $f_m = f_1 + f_2 - f_0$

Par comparaison et identification sur les équations (2.57) et (2.58), on obtient l'expression de la permittivité moyenne de l'empilement sous la forme :

$$\varepsilon'_m = \frac{d_1 \varepsilon'_{r1} + d_2 \varepsilon'_{r2}}{d_1 + d_2} \quad (2.61)$$

Si on suppose que la permittivité du matériau 1 est connue mais que la permittivité ε'_{r2} de l'échantillon 2 est inconnue, alors cette dernière peut être déterminée à partir de l'expression de ε'_m par :

$$\varepsilon'_{r2} = \frac{\varepsilon'_m (d_1 + d_2) - d_1 \varepsilon'_{r1}}{d_2} \quad (2.62)$$

Cette même démarche peut être utilisée pour déterminer les pertes diélectriques de cet échantillon ε''_{r2} :

$$\frac{d_1 \varepsilon''_{r1} + d_2 \varepsilon''_{r2}}{d_1 + d_2} = \frac{V_c}{4(V_1 + V_2)} \left(\frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_c} + \frac{1}{Q_2} - \frac{1}{Q_c} \right) \quad (2.63)$$

$$\varepsilon''_m = \frac{d_1 \varepsilon''_{r1} + d_2 \varepsilon''_{r2}}{d_1 + d_2} \quad (2.64)$$

Pour déterminer la perméabilité complexe dans le cas de matériaux magnétiques on procède de la même manière ; les perméabilités moyennes seront données par :

$$\mu'_m = \frac{d_1 \mu'_{r1} + d_2 \mu'_{r2}}{d_1 + d_2} \quad (2.65)$$

$$\mu''_m = \frac{d_1 \mu''_{r1} + d_2 \mu''_{r2}}{d_1 + d_2} \quad (2.66)$$

La mesure en cavité permet d'avoir directement les caractéristiques électromagnétiques effectives (ou moyennes) du matériau bicouche. A partir de cette mesure et des formules théoriques présentées dans cette section, nous pouvons extraire les propriétés de la couche magnétique toute seule.

2.2.5 Test numérique de fonctionnement

2.2.5.1 Paramètre de l'expérience

Les études expérimentales nous ont permis de mesurer la permittivité et perméabilité complexes de sol-gel dopés par les nanoparticules magnétiques. Les valeurs de la permittivité et perméabilité complexes extraites à partir de la mesure en cavité voir tableau 2.2.

Nous reprenons ces paramètres pour vérifier cette méthode retenue en simulation (sous

Epaisseur du matériau	ϵ'	ϵ''	$\tan(\delta)$
24 μm	4.43	0.068	1.5×10^{-2}

TABLE 2.2 – Paramètres de mesure en cavité

HFSS).

2.2.5.2 Application de la méthode

Le modèle simulé de la cavité est représenté à la figure 2.16. La fréquence de résonance de la cavité est de 9 GHz. Cette cavité a été conçue à partir d'un guide d'onde rectangulaire de dimensions $a=22,7$ mm, $b=10$ mm et $L=48,3$ mm (figure 2.16). L'échantillon se place dans une fente rectangulaire (trou) de dimensions $x=3$ (la longueur) et $y=1,3$ (la largeur). Cette fente est percée sur une face de la cavité. Pour extraire la permittivité, elle se réalise à une distance $\lambda_g/4$ (cas le champ électrique est maximal) et pour extraire la perméabilité, cette fois elle se réalise à une distance $\lambda_g/2$ (cas le champ électrique est minimal).

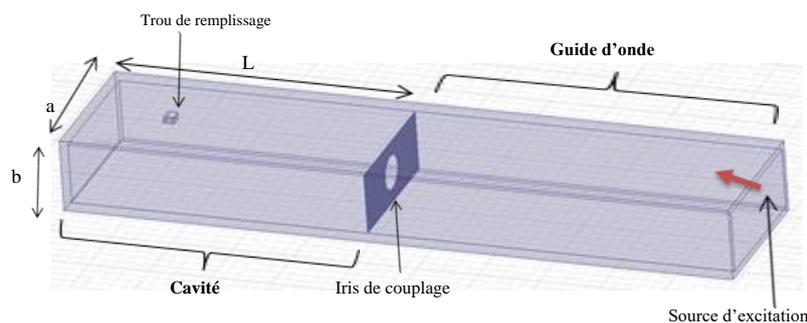


FIGURE 2.16 – Modèle de simulation 3D de la cavité résonante (HFSS)

L'excitation est effectuée à partir d'un guide rectangulaire équipé d'un iris de diamètre 4,5 mm. L'iris a été dimensionné pour qu'il permette autant que possible le transfert de puissance de la source d'excitation électromagnétique vers la cavité, soit le coefficient de réflexion S_{11} à vide tend -30 dB (figure (2.19)). Les valeurs extraites doivent être comparables aux valeurs réelles introduites pour la simulation.

2.2.5.3 Caractérisation diélectrique

La cavité adaptée aux simulations pour la détermination des constantes diélectriques est représentée à la figure 2.17. L'échantillon se place dans le trou de remplissage situé à $\lambda_g/4$ comme indiquée à la figure 2.17.

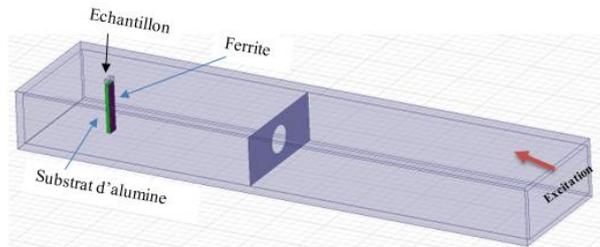


FIGURE 2.17 – *Modèle de simulation 3D de la cavité résonante adaptée à la détermination des constantes diélectriques (HFSS)*

L'organigramme présenté à la figure 2.18 résume la démarche à suivre pour extraire les paramètres diélectriques de l'échantillon à tester. Nous avons testé un matériau magnétique déposé sur un substrat d'alumine de propriétés électromagnétiques connues (données constructeurs).

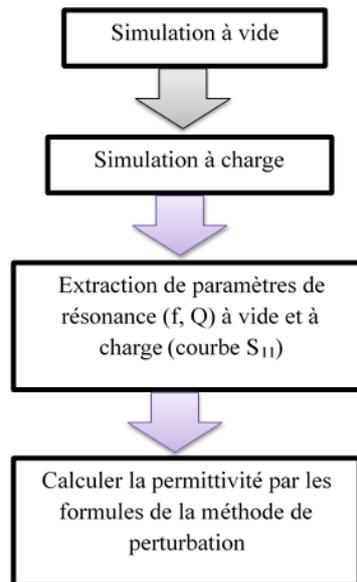


FIGURE 2.18 – *Organigramme d'extraction de paramètres diélectriques en utilisant la méthode de perturbation*

L'extraction des propriétés diélectriques de l'échantillon se fait à partir de paramètres de réflexion S_{11} en dB de la cavité à vide et à charge figure 2.19.

Pour extraire les paramètres du matériau magnétique simulé, on utilise les formules présentées au paragraphe précédent, reliant les propriétés diélectriques d'un matériau bicouche aux paramètres de résonance de la cavité (fréquence de résonance et facteur

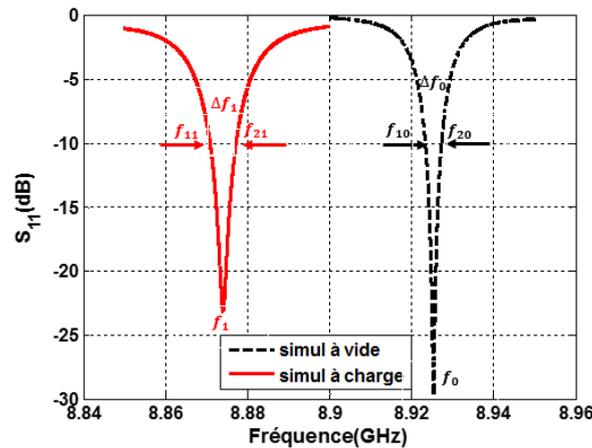


FIGURE 2.19 – Résultats des simulations de la cavité à vide et à charge

de qualité figure 2.19) à vide et à charge. Les valeurs introduites sur le logiciel et celles calculées par la méthode de perturbation (à partir de figure 2.19) sont rapportées sur le tableau 2.3.

Simulation HFSS	ϵ'	ϵ''	$\tan(\delta)$
Valeurs initiales	4.43	0.068	1.5×10^{-2}
Valeurs extraites	4.48	0.063	1.4×10^{-3}

TABLE 2.3 – Propriétés diélectriques d'une couche de ferrite d'épaisseur 24 μm (HFSS)

Nous avons observé que les valeurs introduites pour le matériau magnétique sur HFSS et cellules déterminées par calcul (méthode de perturbation) sont proches. 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 adapté (S_{11}), ce qui diminue le facteur de qualité Q et ainsi la détermination des pertes devient moins précise. D'autre part, cette différence peut aussi être due au maillage de la cavité. Il faut donc un maillage très fin pour bien traduire les pertes par effet joule qui se produisent dans ses parois, ce qui demandera beaucoup de temps. Toutefois, les valeurs initiales sont retrouvées.

2.2.5.4 Caractérisation magnétique

Nous avons conçu une deuxième cavité pour l'extraction de paramètres magnétiques. Cette fois ci, l'échantillon se place au milieu de la cavité $\lambda_g/2$ (zone où le champ électrique est minimal) figure 2.20. L'extraction de paramètres de résonance se fait sous champ magnétique H_0 .

Les valeurs initiales de simulations données sur le tableau 2.4.

La perméabilité est une grandeur tensorielle et dépend du champ de polarisation H_0 .

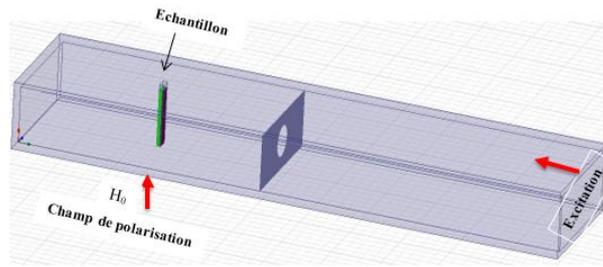


FIGURE 2.20 – Modèle de simulation 3D de la cavité résonante adaptée à l'extraction des paramètres magnétiques (HFSS)

Epaisseur	μ'	μ''	$\tan(\delta)$
24 μm	40	0.001	2.5×10^{-5}

TABLE 2.4 – Paramètres initiaux de simulation

La figure 2.21 présente l'organigramme de l'extraction des paramètres magnétiques par l'utilisation de la cavité résonante. Etant donné que l'échantillon est placé à la zone où le champ électrique est presque nul dans la cavité, les paramètres de résonance à vide et en charge ne change pas figure 2.22 contrairement au cas précédent. Mais quand on applique un champ de polarisation extérieur H_0 , la fréquence de résonance de la cavité chargée change (figure 2.22) avec ce champ appliqué.

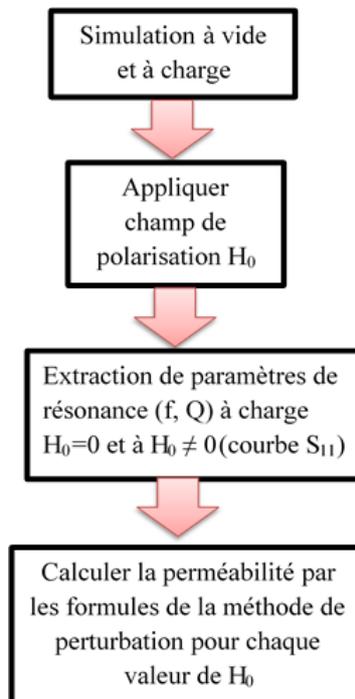
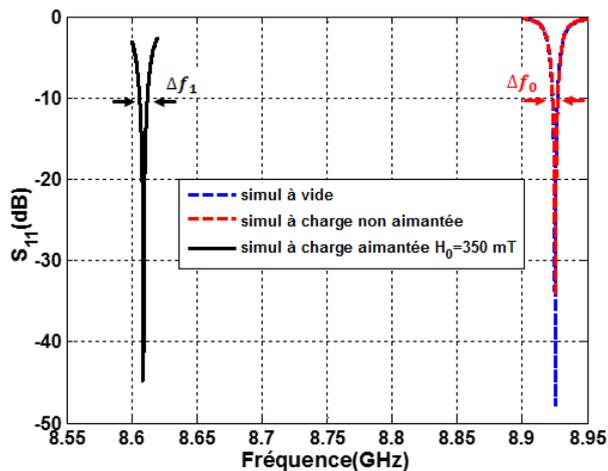
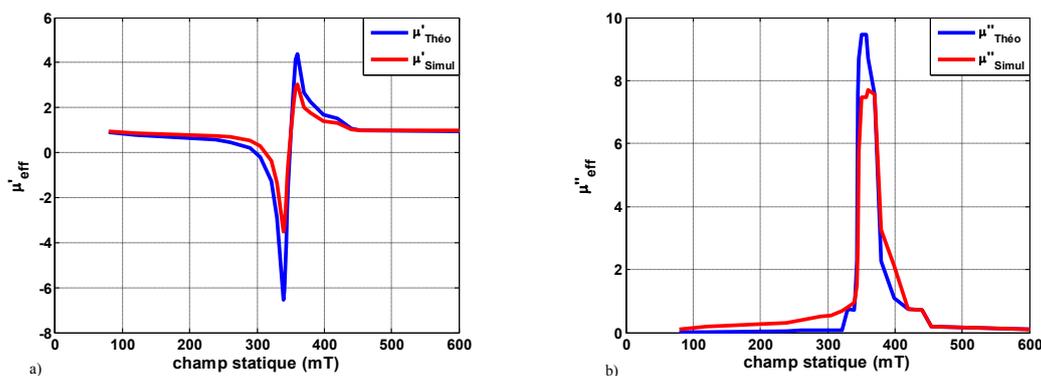


FIGURE 2.21 – Organigramme d'extraction de paramètres magnétiques en utilisant la méthode de perturbation de la cavité résonante

L'extraction de la perméabilité complexe effective obtenue à partir de formules de la méthode de perturbation (simulation) et celle obtenue par le modèle de Polder (μ_{eff}

FIGURE 2.22 – Résultats des simulations de la cavité à vide, à charge et à $H_0 = 350\text{mT}$

équation (2.67)) sont représentées sur la figure 2.23.

FIGURE 2.23 – Extraction de la perméabilité complexe de l'échantillon à $f=9\text{ GHz}$: a) partie réelle, b) partie imaginaire

$$\mu_{eff} = \frac{\mu^2 - \kappa^2}{\mu} \quad (2.67)$$

La perméabilité obtenue par la méthode de perturbation à partir de simulation sur la cavité et celle obtenue théoriquement en utilisant le tenseur de perméabilité sont proches.

La méthode retenue donne des bons résultats dans des conditions proches des expérimentations que nous allons mener.

Elle sera appliquée pour la caractérisation des sol-gels magnétiques que nous étudions. Des résultats expérimentaux seront présentés au chapitre suivant.

2.3 Extension fréquentielle grâce à l'étude CPW

Cette partie présente la méthode que nous avons utilisée pour caractériser les composites à bases de nanoparticules magnétiques dans une large bande de fréquences. Cette méthode est basée sur la mesure en ligne de transmission coplanaire. Le principe général consiste à déposer du sol-gel magnétique sur une ligne coplanaire. La mesure de paramètre S sur la structure permet de remonter aux propriétés électromagnétiques du composite magnétique déposé sur cette cellule. La première étape de notre réflexion va concerner l'étude de l'interaction onde-matière des matériaux déposés sur les différents endroits de la cellule. Ceci nous permettra de savoir dans quel endroit l'interaction est forte sur la structure. L'objectif de cette étude est de déterminer comment placer le matériau.

2.3.1 Définition d'une ligne de transmission

Une ligne de transmission est un ensemble de deux ou plusieurs conducteurs acheminant un signal électrique, d'une source (émetteur) vers une charge (récepteur). Mais elles peuvent être aussi utilisées pour réaliser des filtres, des résonateurs, des coupleurs, d'antennes ... Une ligne de transmission est caractérisée par son impédance caractéristique, sa constante de propagation et sa vitesse de propagation des signaux (vitesse de groupe et vitesse de phase).

Les lignes de transmissions les plus courantes sont les câbles coaxiaux, les lignes bifilaires et les paires torsadées. La réalisation des circuits MMIC (Monolithic Microwave Integrated Circuits) fonctionnant dans le domaine des microondes est possible grâce aux composants actifs (diodes, transistors), aux composants passifs (lignes de transmission) et aux éléments localisés (résistances, capacités, inductances). Pour les lignes de transmission, les deux principales technologies utilisées en circuits MMIC sont la ligne microruban (microstrip) et la ligne coplanaire (CPW). La différence entre les deux technologies se situe au niveau du plan de masse. La cellule de mesure choisie dans ce travail est une ligne en technologie coplanaire. Car elle correspond aux structures méta-lignes développées et étudiées précédemment.

2.3.2 Description de la cellule coplanaire

Une ligne coplanaire conventionnelle est constituée d'un conducteur central, d'épaisseur t et théoriquement, de deux plans de masse de largeur semi-infinie (figure 2.24). Le conducteur central, de largeur W , est séparé des deux plans de masse, de largeur W_g , par des fentes de largeur S . L'ensemble est déposé sur un substrat diélectrique d'épaisseur H .

Le mode de propagation est quasi-TEM car la ligne coplanaire possède une interface air-diélectrique. Les champs magnétique et électrique sont perpendiculaires à l'axe de la

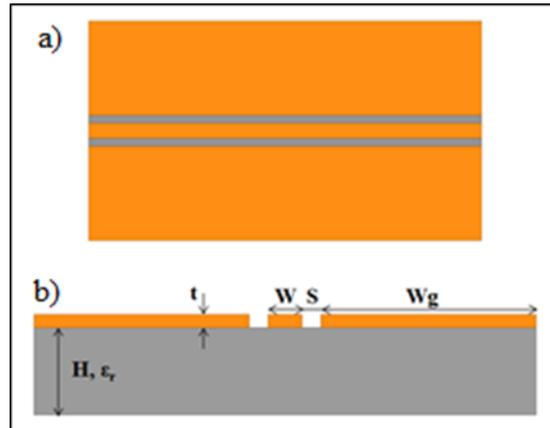


FIGURE 2.24 – Ligne de transmission coplanaire : a) Vue de dessus, b) coupe transversale

ligne selon lequel s'effectue la propagation (figure 2.25). En réalité, du fait de la présence des trois conducteurs sur la même face, deux modes fondamentaux de propagation peuvent être présentes dans la ligne coplanaire [115]. Un mode quasi TEM peu dispersif, appelé mode coplanaire et un mode quasi TE très dispersif, appelé mode fente. Le mode impair (mode souhaité) est celui qui se propage dans le conducteur central.

Les plans de masse sont alors équipotentiels tandis que le mode pair se traduit par des potentiels différents entre le conducteur central et entre les plans de masse. Ce dernier est supprimé en forçant les deux plans de masse au même potentiel. Le ruban central de largeur w est appelé ligne «signal», il est encadré par deux demi-plans de masse situés à une distance S du bord du ruban central, figure 2.24 . Le tableau 2.5 présente les dimensions de la cellule.

Conducteur central W (μm)	Fentes S (μm)	Épaisseur métal t (μm)	Hauteur substrat H (μm)
144	79	5	635

TABLE 2.5 – Dimensions des lignes coplanaires utilisées

Le champ magnétique H au-dessus du ruban central est quasiment parallèle à celui-ci ; de son côté, c'est dans les fentes que le champ électrique E est quasi parallèle à l'interface figure 2.25. Les différents paramètres de ligne que sont l'impédance caractéristique (Z_c), les pertes et la permittivité effective ε_{eff} , et la perméabilité effective μ_{eff} (égale μ_0 dans la plupart des applications mais pas dans notre cas d'étude) dépendent des éléments électriques linéiques, qui dépendent eux-mêmes de la technologie utilisée (dimensions géométriques de ligne et du substrat diélectrique utilisé).

2.3.2.1 Pertes dans la ligne coplanaire

L'atténuation dans les lignes coplanaires peut avoir diverses origines [116].

– Pertes ohmiques : les pertes ohmiques dans une ligne coplanaire sont proportion-

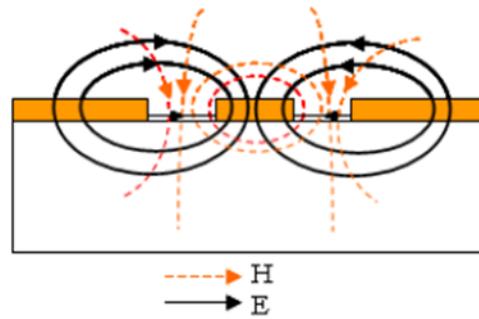


FIGURE 2.25 – Distribution de champs électrique et magnétique sur la cellule

nelles à la résistance des conducteurs métalliques. Elles dépendent de la géométrie de la ligne et présentent une variation proportionnelle à la racine carrée de la fréquence. Elles sont importantes à basse fréquence. L'utilisation d'un métal d'excellente conductivité (or ou cuivre) offre la minimisation de ces pertes.

- Pertes diélectriques : elles sont dues à la distribution des lignes de champ dans le substrat et aux propriétés diélectriques de celui-ci. Les pertes diélectriques sont proportionnelles à la fréquence et sont importantes dans le domaine des fréquences millimétriques et microondes.
- Pertes radiatives : elles sont causées par la dissipation de l'énergie électromagnétique dans le substrat à très hautes fréquences (supérieur à 200 GHz). Les modes de fuite responsables du rayonnement se propagent si la symétrie de la ligne est rompue, notamment en présence de discontinuités ou de défauts.

2.3.2.2 Avantages de la ligne coplanaire

La ligne de transmission coplanaire présente plusieurs avantages par rapport à la ligne microruban.

- Elle permet de s'affranchir des procédés technologiques face arrière qui permet la réalisation des lignes microstrip. Ceci induit donc la réduction du coût de fabrication.
- Elle présente une souplesse dans sa conception et sa réalisation.
- Elle offre également une facilité d'intégration avec d'autres circuits sans recours aux vias métalliques grâce à son caractère uniplanaire ; ce qui permet d'augmenter la largeur de bande et éviter la modélisation d'inductances parasites supplémentaires.

2.3.2.3 Calcul de l'impédance caractéristique de la ligne coplanaire

L'impédance caractéristique Z_c de la ligne coplanaire dépend de la largeur du conducteur central et de la largeur des fentes. Elle est déterminée par le rapport de ces deux grandeurs (figure 2.24), donc la réduction de la taille est possible sans limite. La seule condition pénalisante est l'augmentation des pertes [117]. Ainsi, il existe plusieurs couples

(W, S) pour une valeur désirée d'impédance Z_c .

De nombreuses méthodes de calculs numériques qui permettent l'analyse des lignes de transmission planaires existent mais seule la méthode d'approche quasi-statique (conformal mapping technique) est brièvement présentée dans cette partie. L'approche quasi statique suppose que le mode de propagation le long de la ligne est purement TEM et que les caractéristiques de la ligne sont déterminées par le calcul de sa capacité linéique. Elle se base sur la méthode de transformation conforme qui est une transformation géométrique de la ligne planaire en un condensateur plan [118]. Des hypothèses sont posées sur l'épaisseur du conducteur qui doit être nulle et sur toutes les interfaces diélectriques de la structure, y compris les fentes, qui sont remplacées par des murs magnétiques. La structure est ensuite divisée en plusieurs parties et le champ électrique est supposé présent dans chacune d'elles. De cette manière, la capacité de chaque partie est calculée individuellement. Dans le cas de la ligne coplanaire (figure 2.24) avec une hauteur de substrat finie (H) et selon les hypothèses formulées, la capacité par unité de longueur est la somme de deux capacités partielles : la capacité de la partie supérieure, en contact avec l'air (C_{air}) et la capacité de la partie inférieure, en contact avec le diélectrique (C_d).

$$C = C_d + C_{air} \quad (2.68)$$

Les expressions des deux capacités partielles sont données par :

$$C_d = 2\varepsilon_0(\varepsilon_r - 1) \frac{K(k_0)}{K(k'_0)} \quad (2.69)$$

$$C_{air} = 4\varepsilon_0 \frac{K(k_1)}{K(k'_1)} \quad (2.70)$$

La capacité par unité de longueur devient alors :

$$C = 2\varepsilon_0(\varepsilon_r - 1) \frac{K(k_0)}{K(k'_0)} + 4\varepsilon_0 \frac{K(k_1)}{K(k'_1)} \quad (2.71)$$

Avec : $k_0 = \frac{\sinh\left[\frac{\pi W}{4H}\right]}{\sinh\left[\frac{\pi(W+2S)}{4H}\right]}$, $k'_0 = \sqrt{1 - k_0^2}$, $k_1 = \frac{W}{W+2S}$ et $k'_1 = \sqrt{1 - k_1^2}$ La constante diélectrique effective est donnée par :

$$\varepsilon_{eff} = \frac{C}{C_{air}} = 1 + \frac{\varepsilon_r - 1}{2} \frac{K(k'_1)}{K(k_1)} \frac{K(k_0)}{K(k'_0)} \quad (2.72)$$

Les expressions de la vitesse de phase et de l'impédance de la ligne (où C est la vitesse de la lumière dans le vide) sont :

$$v_{ph} = \frac{c}{\sqrt{\varepsilon_{eff}}} \quad (2.73)$$

$$Z_c = \frac{1}{C.v_{ph}} = \frac{1}{c.C_{air}\sqrt{\varepsilon_{eff}}} = \frac{30\pi}{\sqrt{\varepsilon_{eff}}} \frac{K(k_1')}{K(k_1)} \quad (2.74)$$

La fonction $K(k)$ est l'intégrale elliptique du premier ordre donnée par :

$$\begin{cases} \frac{K(k)}{K(k')} = \frac{\pi}{\ln \left[\frac{2(1+\sqrt{k'})}{1-\sqrt{k'}} \right]} \rightarrow 0 \leq k \leq \frac{1}{\sqrt{2}} \\ \frac{K(k)}{K(k')} = \frac{1}{\pi} \ln \left[\frac{2(1+\sqrt{k})}{1-\sqrt{k}} \right] \rightarrow \frac{1}{\sqrt{2}} \leq k \leq 1 \end{cases} \quad (2.75)$$

Dans la plupart des cas pratiques, l'épaisseur du conducteur est assez faible mais ne peut pas être entièrement négligée. Une correction de premier ordre tenant compte de l'épaisseur t non nulle du conducteur a été donnée dans [119] :

$$k_{1e} = \frac{W_e}{W_e + 2S_e} \quad (2.76)$$

avec : $W_e = W + \Delta$ et $S_e = S - \Delta$ où :

$$\Delta = \frac{1.25t}{\pi} \left(1 + \ln \left(\frac{4\pi W}{t} \right) \right) \quad (2.77)$$

La ligne coplanaire choisie comme cellule de mesure doit avoir des pertes d'atténuation très faibles. Son impédance caractéristique doit être réelle et proche de 50 Ω sur toute la bande de fréquence de travail. Le tableau 2.6 présente les valeurs de l'impédance caractéristique Z_c , de la permittivité effective ε_{eff} et de la capacité linéique C obtenues par le calcul analytique fait à l'aide des équations précédentes.

t (μm)	C (pF/cm)	ε_{eff}	Z_c (Ω)
0	1.44	5.39	53.83
1	1.44	5.24	52.77
3	1.45	5.12	51.88
5	1.46	5.01	51.05

TABLE 2.6 – Valeurs de Z_c , et ε_{eff} par calcul analytique

Ce tableau montre qu'en utilisant les formules précédentes, la valeur de la permittivité effective s'écarte de sa valeur avec l'augmentation de l'épaisseur du conducteur.

La permittivité effective est plus sensible aux variations de l'épaisseur du conducteur. Par conséquent, l'impédance caractéristique ainsi trouvée est une valeur approchée de l'impédance réelle de la ligne.

En considérant notre future utilisation avec un substrat d'alumine Al_2O_3 ($\varepsilon_r=9,8$), d'épaisseur $H=635\mu\text{m}$, de longueur 5mm et de l'argeur 2.11mm.

Nous allons utiliser ces dimensions pour faire des simulations sur cette ligne coplanaire

en rajoutant des matériaux magnétiques sur la cellule choisie pour étudier l'interaction onde-matière sur ce type de structures.

2.3.3 Simulation

2.3.3.1 Présentation de l'outil de simulation

L'outil de simulation utilisé est le logiciel HFSS (High Frequency Structure Simulator). C'est un simulateur 3D développé par ANSYS (ex Ansoft) dans le but d'étudier le comportement électromagnétique des structures. Il utilise la méthode des éléments finis.

La méthode des éléments finis est une méthode numérique permettant de découper une structure en éléments de petites dimensions (maillage) puis de réaliser les calculs sur les éléments du maillage. Cette méthode est utilisée par plusieurs simulateurs.

Les structures en 3D sous HFSS sont découpées en tétraèdres et les objets 2D en triangles. Ce découpage d'objets en petites dimensions permettra au simulateur de réaliser localement le calcul des champs électromagnétiques sur ces derniers et de faire ensuite l'interpolation sur l'ensemble de la structure.

Les principaux paramètres de réglage donnés à l'utilisateur pour réaliser au mieux son maillage sont :

- Le maximum Delta S ;
- Le nombre maximum d'itérations (maximum number of pass) ;
- La fréquence adaptative (solution frequency) ;
- Le maximum refinement per pass
- La convergence

Ces paramètres sont définis préalablement par l'utilisateur et vont conditionner la qualité du calcul des paramètres S par le simulateur.

1) Maximum Delta S et convergence

Après avoir défini ce paramètre, le simulateur calcule les valeurs des paramètres S entre deux itérations consécutives (n) et (n+1). Il compare ensuite le module de la différence de résultats obtenus entre les deux itérations avec le paramètre maximum Delta S. Si ce module est inférieur au paramètre maximum Delta S, le calcul est terminé et on dit que l'opération de maillage a convergé vers une solution satisfaisante. Sinon, le maillage est affiné puis les calculs sont recommencés aux itérations suivantes (n+1) et (n+2), ou réitère jusqu'à la vérification de la condition de convergence.

2) Nombre de passes (ou nombre maximum d'itération)

Ce paramètre définit le nombre maximum d'itération (pass) autorisé avant de terminer l'opération de maillage. C'est un critère qui arrête la procédure de maillage lorsque le nombre de cycle atteint la valeur fixée par l'utilisateur.

3) Maillage

A chaque itération le simulateur découpe la structure en tétraèdres et effectue le calcul des champs électromagnétiques. Le maillage est ainsi réduit en taille à chaque itération d'un certain pourcentage (refinement per pass). Les principaux avantages de HFSS sont sa facilité d'utilisation (dessin de structures) et son large domaine d'action (électromagnétique, mécanique, thermique etc). Son principal inconvénient est la nécessité d'avoir des outils informatiques performants. Les opérations de maillage et convergence sont résumées dans le schéma synoptique figure 2.26.

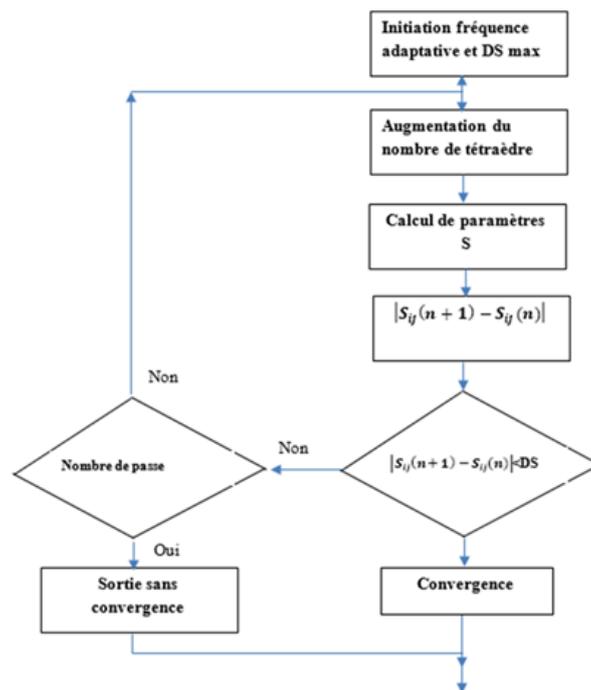


FIGURE 2.26 – Schéma synoptique de calcul HFSS

2.3.3.2 Conception de la cellule

La cellule de mesure choisie est une ligne en technologie coplanaire comme expliqué précédemment. Nous souhaitons utiliser cette cellule pour caractériser des composites à base de nanoparticules magnétiques dans une large bande de fréquence (1 à 10 GHz). Il est important de faire des simulations préparatoires sous HFSS afin de faire une synthèse sur la cellule. Il faut en effet que les caractéristiques de la ligne choisie soient bien adaptées aux conditions de mesure. Les paramètres de dispersion (paramètres S) de la cellule sont présentés à la figure 2.27

Les coefficients de transmission (courbes en rouge) sont proches de 0 dB c'est-à-dire que la transmission de la ligne est totale. Les coefficients de réflexion (courbes en bleu) sont identiques et ne dépassent pas le niveau de -28 dB. On peut en conclure que la ligne peut être considérée sans pertes et que la structure de la ligne est symétrique. C'est-

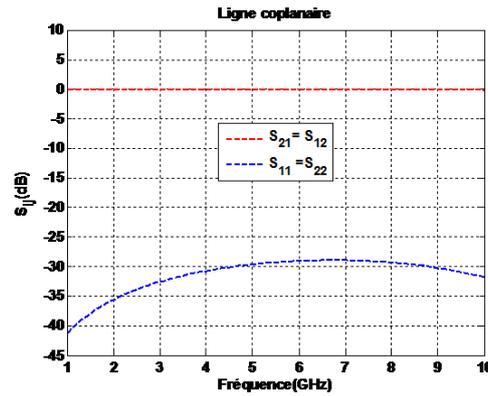


FIGURE 2.27 – Paramètres de dispersions en fonction de la fréquence de la cellule

à-dire la structure est bien adaptée à 50 ohm. L'impédance caractéristique extraite par simulation est présentée à la figure 2.28.

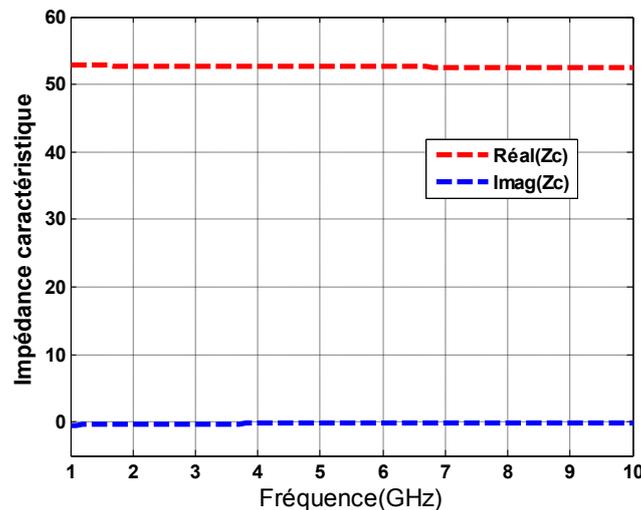


FIGURE 2.28 – Impédance complexe en fonction de la fréquence de la cellule

2.3.3.3 Etude avec ferrite isotrope

Dans ce paragraphe, nous allons faire des simulations sur la cellule en rajoutant des matériaux magnétiques. L'objectif de cette étude est de comprendre l'interaction onde-matière sur les structures. Le principe consiste à placer des matériaux magnétiques en différentes zones de la cellule choisie.

1) Emplacement du matériau dans les fentes

Nous avons mis deux rubans de matériaux magnétiques dans les deux fentes de la cellule. La figure 2.29 (a) et figure 2.29 (b) montrent respectivement la structure en 3D simulée sous HFSS et vue de profil de la structure sur laquelle sont placées les deux rubans magnétiques et le champ électromagnétique E et H .

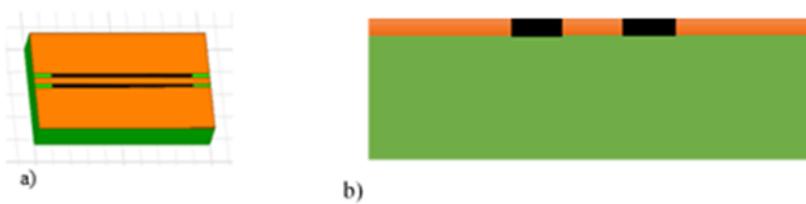


FIGURE 2.29 – a) Structure de la cellule chargée (3D HFSS), (b) Vue en coupe de la structure

Le matériau magnétique est représenté en couleur foncée.

Nous traçons maintenant le déphasage de l'onde électromagnétique entre la cellule à vide et la cellule chargée pour différentes valeurs de la perméabilité relative du matériau en fixant la fréquence à 10 GHz.

La permittivité est considérée comme constante. Les résultats de simulation sont présentés à la figure 2.30 à cette fréquence.

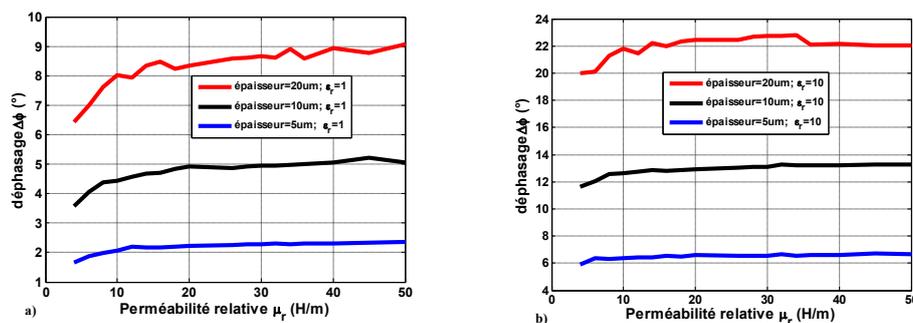


FIGURE 2.30 – Déphasage en fonction de la perméabilité relative à $f=10$ GHz pour trois épaisseurs différentes de matériau magnétique déposée sur la cellule (HFSS) : a) $\epsilon_r = 1$, b) $\epsilon_r = 10$

La figure 2.30 montre que le déphasage augmente avec l'épaisseur du matériau magnétique déposée sur la cellule de quelques degrés. On note pour la permittivité égale à 1 que le déphasage varie de 2.5 à 9 degrés en cumulant la variation de μ_r et la variation de l'épaisseur du matériau (figure 2.30 a)). Ensuite, nous avons augmenté la valeur de la permittivité relative du matériau magnétique à 10 dans les mêmes conditions. On observe que le déphasage augmente plus que le cas précédent figure 2.30 b). Cette fois ci elle varie de 6.5 à 23 degrés environ avec l'épaisseur. L'expression du phase est donnée par :

$$\varphi = -\frac{\omega}{C} \sqrt{\mu_{eff} \epsilon_{eff}} \times L \quad (2.78)$$

Nous constatons donc que le déphasage est quasi insensible à la variation de la perméabilité relative du matériau. Ceci nous permet de dire en première approximation que $\mu_{eff} \approx 1$. Ceci revient à dire que l'interaction magnétique, c'est-à-dire du matériau avec le champ magnétique H est très faible. A l'inverse, les résultats observés correspondent plutôt à une interaction forte du champ E avec le matériau placé dans la fente (figure 2.29

(b)). Pour confirmer cette hypothèse, nous traçons le déphasage pour les deux valeurs de ϵ_r (deux courbes en bleu représentées à la figure 2.30 a) et figure 2.30 b) à une même épaisseur du matériau (figure 2.31).

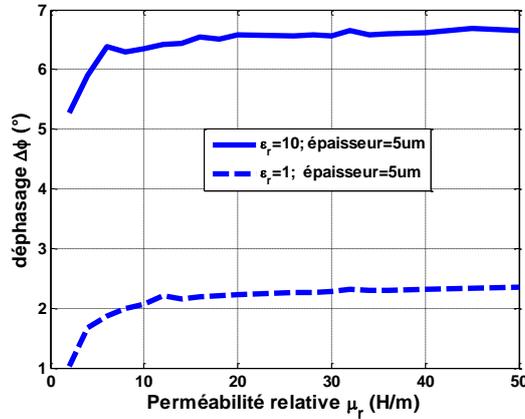


FIGURE 2.31 – Déphasage en fonction de la perméabilité relative pour deux valeurs de permittivité relative en fixant l'épaisseur du matériau magnétique à $f=10$ GHz

Nous constatons clairement qu'il y a une variation de phase avec la permittivité relative du matériau alors que l'augmentation de perméabilité a un effet très limité. On peut donc en déduire, en première approximation, que $\mu_{eff} \approx 1$; ainsi l'expression du déphasage deviendrait alors :

$$\Delta\phi \approx -\frac{\omega}{C}\sqrt{\epsilon_{eff}} \times L \tag{2.79}$$

En utilisant cette expression, nous traçons ϵ_{eff} à partir des résultats précédents (figure 2.32 a). Ces résultats indiquent que la permittivité effective augmente avec l'épaisseur du matériau déposé dans la fente : Le fait d'augmenter l'épaisseur du matériau augmente l'interaction du matériau avec le champ électrique.

Quand on augmente la permittivité relative de 1 à 10 du matériau, cela implique que la permittivité effective de la structure augmente aussi figure 2.32 b).

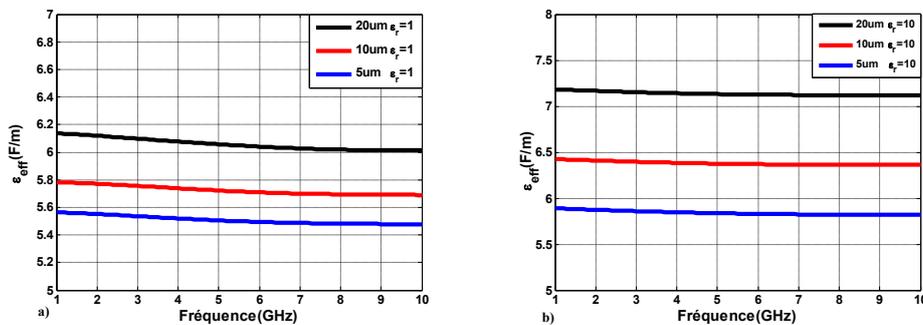


FIGURE 2.32 – Permittivité effective extraite des déphasages en fonction de la fréquence pour trois épaisseurs différentes du matériau magnétiques avec $\mu_r=50$

2) Emplacement du matériau sur le ruban

Contrairement au cas précédent, nous plaçons un ruban de matériau magnétique uniquement sur le conducteur central de la cellule. La figure 2.33 (a) indique la structure en 3D simulée et figure 2.33 (b) illustre l'interaction de l'onde électromagnétique en superposant les lignes de champs de la ligne simple et la position du matériau.

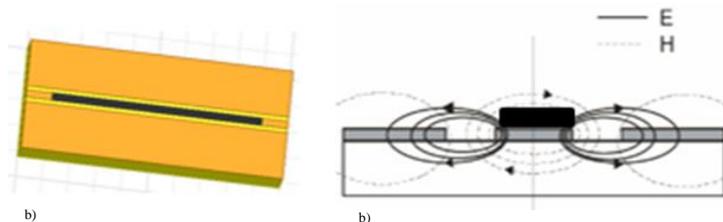


FIGURE 2.33 – (a) Cellule chargée sur le conducteur central 3D HFSS, (b) vue de profil de la structure avec les champs E et H de la ligne à vide

Comme précédemment, nous traçons la différence de phases entre la ligne à vide et chargée en variant la perméabilité relative du matériau et en fixant la permittivité relative pour trois épaisseurs de ce matériau figures 2.34 a) et 2.34 b).

Les résultats de simulation présentés montrent que le déphasage augmente avec l'épaisseur du matériau magnétique déposée sur la cellule.

Le déphasage augmente avec l'épaisseur du matériau mais on remarquera également que cette augmentation n'est pas linéaire. Contrairement au cas précédent, la variation est maintenant sensible à l'augmentation de μ_r .

Dans ce cas (figure 2.33 b)) on remarque en effet que les lignes de champ H sont en interaction forte avec le matériau alors que l'interaction des lignes de champ électrique E est faible.

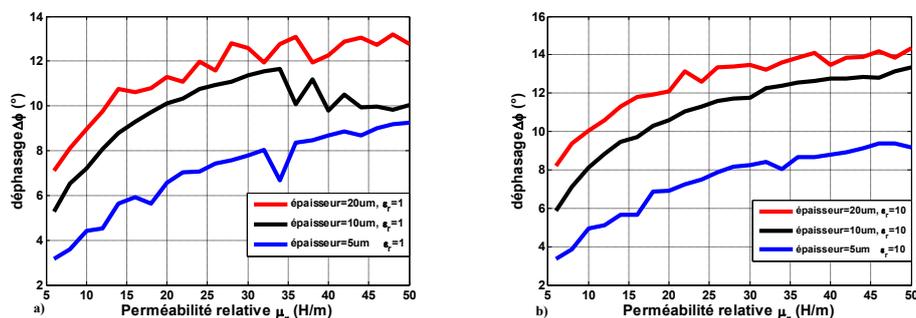


FIGURE 2.34 – Déphasage en fonction de la perméabilité structure chargée sur le conducteur à $f=10$ GHz : a) $\epsilon_r = 1$, b) $\epsilon_r = 10$

L'effet semble similaire dans les différents cas (figure 2.34 a)) et 2.34 b) car les réseaux de courbes restent équidistants les uns des autres. On remarquera ainsi que les résultats (figure 2.34 a)) pour $\epsilon_r = 1$ ou pour $\epsilon_r = 10$ (figure 2.34 b)) sont très voisins. Pour vérifier cette hypothèse, nous traçons sur la même graphie en fixant l'épaisseur à 5 um pour deux

valeurs de permittivité relatives (figure 2.35). La figure 2.35 montre que le déphasage est

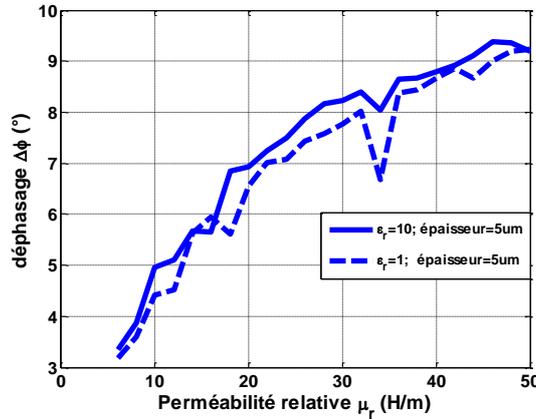


FIGURE 2.35 – Déphasage en fonction de perméabilité relative pour deux valeurs d’epsilon à $f=10$ GHz

quasi identique quelque soit la valeur de ϵ_r du matériau. Ceci nous permet de proposer l’approximation $\epsilon_{eff} \approx 1$. Ceci permet d’approcher l’expression du déphasage par :

$$\varphi = -\frac{\omega}{C}\sqrt{\mu_{eff}} \times L \quad (2.80)$$

En utilisant cette équation nous pouvons déduire μ_{eff} à partir du $\Delta\varphi$ pour deux valeurs de μ_r simulées. Nous avons ainsi tracé le μ_{eff} en fonction de la fréquence sur la figure 2.36.

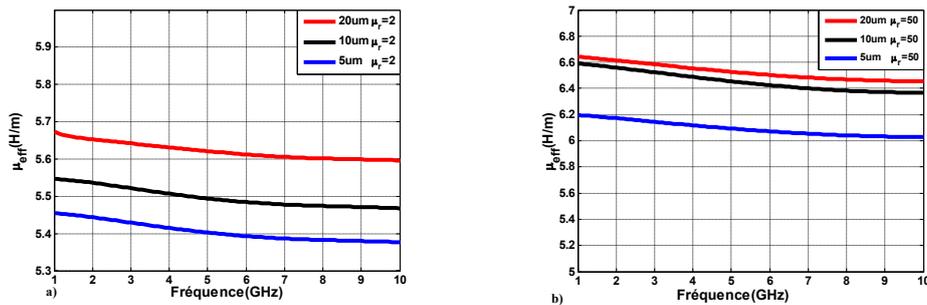


FIGURE 2.36 – Perméabilité effective extraite des déphasages en fonction de la fréquence pour structure matériau placé sur le conducteur central de la cellule $\epsilon_r=10$: a) $\mu_r = 2$, b) $\mu_r = 50$

Les résultats sur cette structure montrent que la perméabilité effective de la structure varie assez peu avec l’épaisseur du matériau et avec la fréquence. On notera également que la variation de μ_{eff} est nettement moins forte que la variation de μ_r . Ceci est dû à la faible quantité totale de matière magnétique dans l’environnement de la ligne.

3) Emplacement du matériau dans les fentes et sur le ruban

Nous avons ensuite combiné les deux cas précédents et placé le matériau magnétique dans les fentes et sur le conducteur central de la cellule (figure 2.37).

Nous traçons le déphasage en fonction de μ_r du matériau pour deux valeurs de ϵ_r de

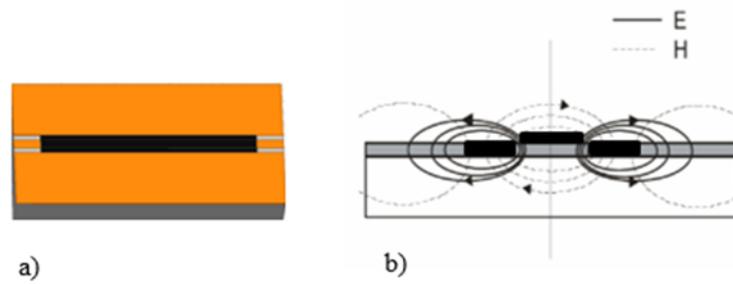


FIGURE 2.37 – a) Cellule chargée en 3D HFSS (b) vue de profil structure et les champs E et H indiqués

ce matériau figure 2.38. Les résultats montrent cette fois que le déphasage varie avec les deux propriétés électromagnétiques du matériau (μ_r et ϵ_r). Dans cette configuration, le problème ne se simplifie pas comme les deux cas précédents. Il y a dépendance du déphasage avec les deux paramètres simultanément ce qui empêche de tracer μ_{eff} et/ou ϵ_{eff} de la structure connaissant le déphasage.

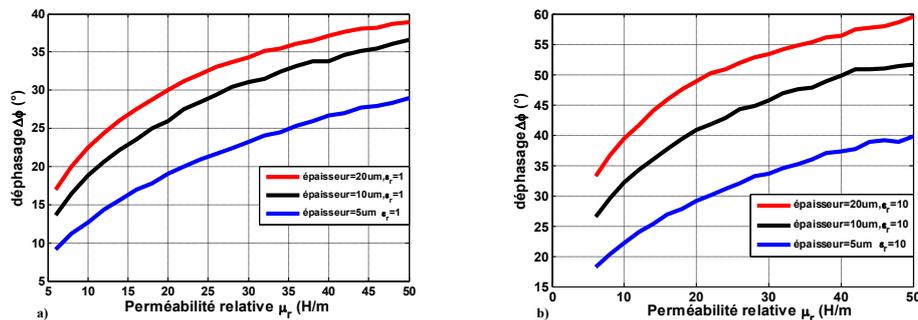


FIGURE 2.38 – Déphasage de l'onde en fonction de la perméabilité relative du matériau magnétique pour deux valeurs de permittivité relative à $f=10$ GHz : a) $\epsilon_r = 1$, b) $\epsilon_r = 10$

Cette étude nous a permis de comprendre l'interaction de ferrite avec le signal électromagnétique propagé sur les différentes structures. On voit ainsi l'importance de la position du matériau, pour interpréter les résultats et l'interaction. Ceci nous a permis de faire des approximations pour obtenir la permittivité et perméabilité effectives des cellules chargées 1 et 2 précédentes. Par contre la cellule 3 (figure (2.37)), l'interaction onde-matière dépend simultanément de deux propriétés électromagnétiques de ferrite (permittivité et perméabilité relatives). Dans le paragraphe qui suit, nous allons faire une étude sur ces cellules cette fois-ci avec variation de permittivité et perméabilité du composite simultanément.

2.3.3.4 Variation de propriétés électromagnétiques du composite

Nous reprenons les simulations sur les cellules précédentes en variant simultanément la permittivité et perméabilité du composite. Ceci permettra de tracer la différence de phase ($\Delta\varphi$) en fonction de ε_r et μ_r à une fréquence fixe.

1) Composite magnétique déposé sur fentes de la cellule

Nous avons fait varier ε_r et μ_r du matériau chargé sur les fentes de la cellule (figure 2.29). Nous traçons ($\Delta\varphi$) en fonction de ces paramètres pour quelques points. La figure 2.39 montre le résultat de cette simulation. Cet abaque montre bien que la variation ($\Delta\varphi$) s'élargit plus sur ε_r que sur μ_r . Ceci confirme l'approximation faite précédemment.

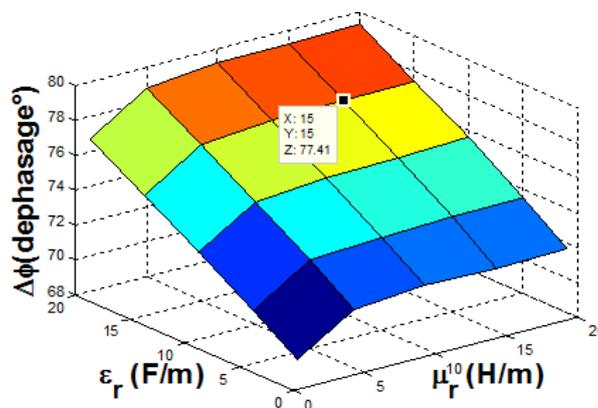


FIGURE 2.39 – Tracé en 3D de déphasage en fonction de la permittivité et perméabilité de ferrite d'épaisseur 10µm à $f=10$ GHz

2) Composite déposé sur le conducteur central de la cellule

Par contre sur la cellule chargée sur le conducteur central (figure 2.33), la variation de $\Delta\varphi$ est plus large sur μ_r que sur ε_r (figure 2.40). L'interaction du champ magnétique est plus forte que le champ électrique dans cette zone. Cette approche permet de déterminer la perméabilité effective de la cellule chargée.

3) Composite placé en pont dans les fentes et sur le conducteur central

Cette fois-ci l'étude considère que le composite est mis dans les fentes et sur le conducteur central de la cellule (figure 2.37). L'épaisseur dans les fentes et sur le conducteur central constitue un pont 10µm 5µm 10µm (figure 2.41).

Le résultat de simulation sur cette cellule est présenté sur la figure 2.42. Ce résultat montre que $\Delta\varphi$ varie à la fois en fonction de ε_r et en fonction de μ_r . Cela prouve que dans cette zone l'interaction est sur le champ électrique et magnétique. Etant donné qu'il y a dépendance de deux paramètres, les approximations précédentes ne peuvent pas se faire pour déterminer les propriétés électromagnétiques de la cellule chargée.

4) Matériau réparti sur toute la couche conductrice

Réduire le dépôt uniquement au centre de la structure, comme sur la figure 2.41 est difficile à réaliser techniquement. Aussi nous allons essayer de voir si une zone plus large

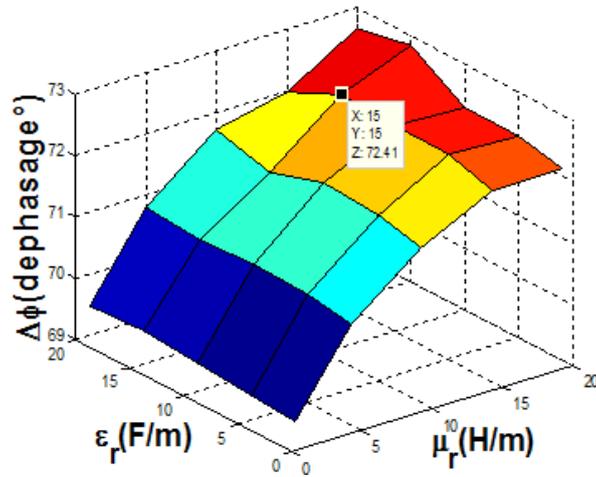


FIGURE 2.40 – Tracé en 3D de déphasage en fonction de la permittivité et perméabilité de ferrite d'épaisseur 5 μm à $f=10$ GHz

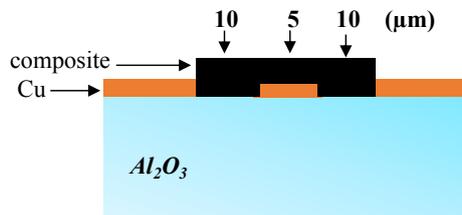


FIGURE 2.41 – Vue en coupe du pont 10 μm 5 μm 10 μm

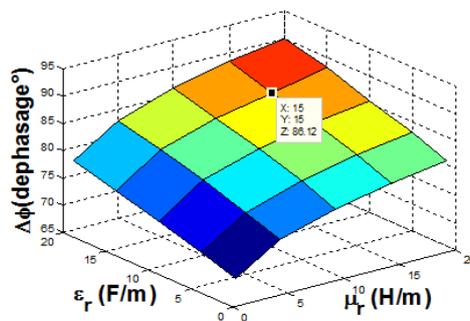


FIGURE 2.42 – Tracé en 3D de déphasage en fonction de la permittivité et perméabilité de ferrite en pont à $f=10$ GHz

présente des différences notables.

Nous allons cette fois-ci élargir le ferrite sur toute la couche conductrice pour vérifier le comportement de la cellule par rapport au pont précédent. Le résultat de simulation de cet élargissement est présenté à la figure 2.43.

Nous avons choisi un point commun dans les deux figures 2.42 et 2.43.

Nous observons deux phases de 86.12 et 86.27 quasi-identique pour les deux cellules respectivement. Ceci nous permet de dire que dans la réalisation des cellules le dépôt de sol-gel en pont ou partout sur la couche conductrice les résultats resteront le même. Si la structure doit être réalisée, nous pourrions donc éviter la réalisation de masques spécifiques.

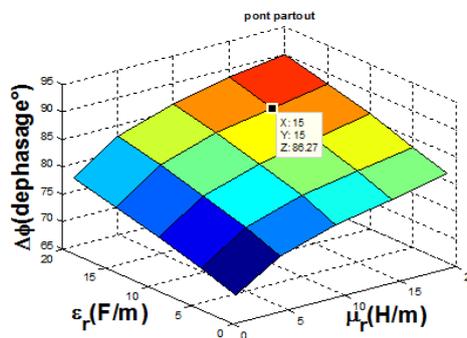


FIGURE 2.43 – Tracé en 3D de déphasage avec élargissement du matériau en pont 10um 5um 10um à $f=10$ GHz

5) Couche mince de composite d'épaisseur homogène sur toute la couche conductrice de la structure

Pour des raisons technologiques dans la réalisation de la cellule de mesure, il apparaît difficile de déposer le sol-gel magnétique dans les zones souhaitées et d'assurer une couche épaisse (maxi 3um). C'est pourquoi nous avons fait des simulations en mettant du matériau composite partout sur la cellule, mais seulement avec une épaisseur mince de 2 um (figure 2.44). La figure 2.45 présente le résultat de simulation sur la cellule. La variation de $\Delta\varphi$ diminue par rapport aux cellules chargées par des couches épaisses (cellules précédentes). C'est normal puis que la variation de la phase dépend fortement de la quantité de matière magnétique sur la cellule de mesure.

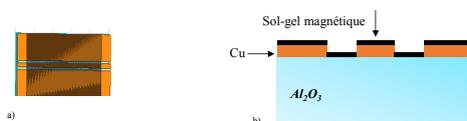


FIGURE 2.44 – a) Cellule chargée en 3D HFSS (b) vue de profil cellule avec ferrite de 2 μm

La dynamique de variation est plus faible, mais le comportement reste celui prévu. Avec moins de composite déposé, nous avons moins d'effets et nous aurons des précisions

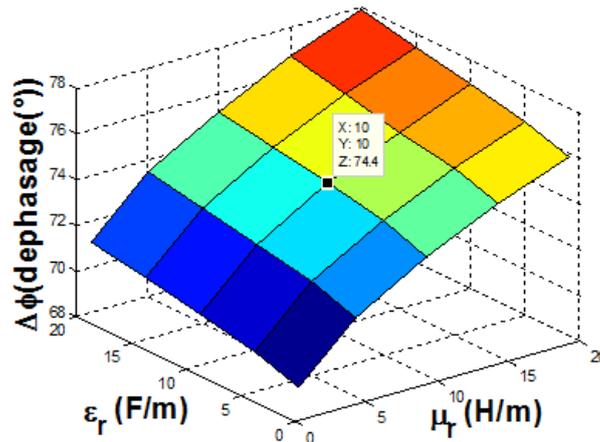


FIGURE 2.45 – Tracé en 3D de déphasage en fonction de la permittivité et perméabilité de ferrite mince de 2 μm

de mesure plus faibles, mais nous devrions tout de même pouvoir mesurer le composite déposé.

Dans le paragraphe suivant, nous allons faire une autre étude sur cette cellule chargée en couche mince de ferrite de 2 μm en appliquant un champ de polarisation pour vérifier l'effet magnétique sur le signal.

2.3.3.5 Etude avec effets anisotropes

L'objectif est la caractérisation de sol-gel magnétique. Pour des raisons technologiques, liées au dépôt de sol-gel magnétique sur des zones précises de la cellule, nous allons faire des simulations sur la cellule en mettant de matériau magnétique partout sur le métal et les deux fentes. Deux structures ont été simulées avec des épaisseurs de matériau magnétique différentes.

Cette étude a pour objectif de comprendre comment se comporte la cellule chargée en appliquant un champ de polarisation extérieur et comprendre approximativement le comportement électromagnétique de la cellule quand elle est chargée par du matériau magnétique d'épaisseurs fines. C'est le modèle de Polder présenté à la dernière partie du premier chapitre qui était utilisé pour représenter les effets magnétiques sous champ d'aimantation.

1) Grenat de fer et d'Yttrium (YIG)

Nous plaçons le matériau magnétique sur le métal et les fentes de la cellule puis appliquons un champ magnétique extérieur (figure 2.46 (a)). Dans ce cas la direction de la polarisation est horizontale suivant x et perpendiculaire à la direction de la propagation de l'onde comme indiqué sur la figure.

La figure 2.46 (b) montre la variation de phase avec l'augmentation de champ de polarisation. Le champ est appliqué horizontalement par rapport à la structure comme

indiqué sur la figure 2.46 (a).

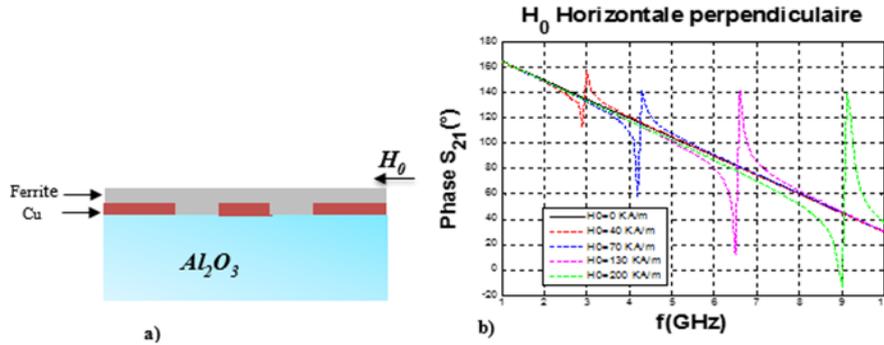


FIGURE 2.46 – (a) Configuration de ferrite sur la cellule polarisation suivant x , (b) Phase en fonction de la fréquence et champs de polarisation extérieur

Nous avons fait varier le champ de polarisation H_0 de 0 à 200 KA/m, nous observons la variation de la fréquence de résonance qui augmente avec le champ appliqué. Ce phénomène s’explique à travers le modèle de Polder dont la perméabilité complexe est représentée à la figure 2.47 pour deux valeurs de champs externes appliqués. Par exemple la fréquence de résonance à $H_0 = 70KA/m$ du signal (courbe en bleu figure 2.46 (b)) est de 4.2 GHz. A cette fréquence il y a une forte absorption de l’onde par la matière ce qui s’explique par l’augmentation de la perméabilité du matériau à cette fréquence figure 2.47 (a).

De même, si on considère le champ maxi ($H_0 = 200KA/m$) appliqué sur la structure (courbe en vert figure 2.46 (b)), la fréquence de résonance gyromagnétique est de 9 GHz qui est également retrouvée par l’augmentation de la perméabilité à cette fréquence figure 2.47 (b).

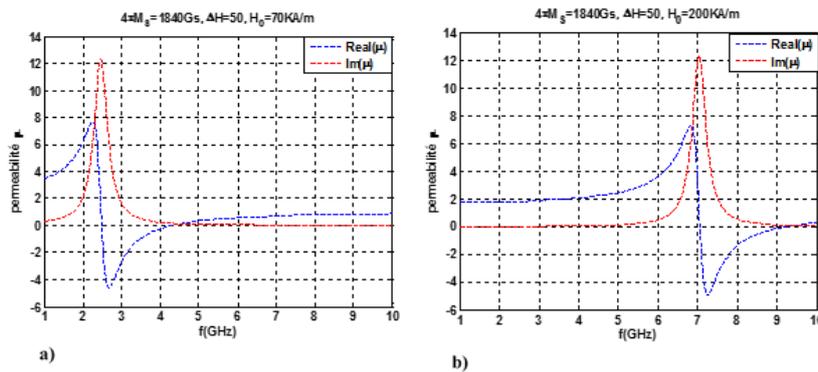


FIGURE 2.47 – Perméabilité complexe en fonction de la fréquence pour deux valeurs de champ statique appliqué sur le YIG

Contrairement au cas précédent, nous polarisons maintenant le champ statique H_0 verticalement et perpendiculaire à la direction de la propagation figure 2.48 (a) en gardant les valeurs fixes de ce champ.

Nous constatons le même phénomène mais les fréquences de résonances gyromagnétiques sont plus petites que dans le cas de la polarisation horizontale. Cette différence est due au champ interne du matériau magnétique qui n'est pas le même pour les deux directions de polarisation.

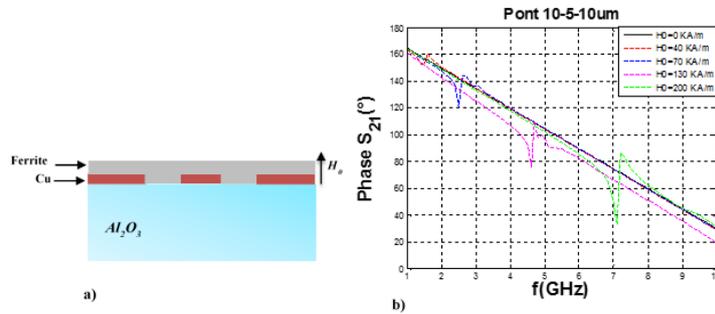


FIGURE 2.48 – (a) Configuration de ferrite sur la cellule polarisation suivant z , (b) Phase en fonction de la fréquence et champs de polarisation extérieur

L'épaisseur du sol-gel magnétique qu'on peut déposer sur le substrat est de l'ordre de $10 \mu\text{m}$. C'est pourquoi, nous avons fait des simulations pour vérifier l'effet non réciproque sur la structure. Le résultat de simulation a montré qu'il n'existe pas d'effet non réciproque c'est-à-dire $S_{21} \neq S_{12}$ quel que soit le champ appliqué figure 2.49 (a). Pour confirmer cela, nous avons fixé le champ de polarisation H_0 à 130 KA/m et fait varier l'épaisseur du matériau magnétique. Nous avons normalisé les résultats de simulation en divisant la différence des modules en dB ($S_{21} - S_{12}$) par la longueur de la cellule. Les résultats ont confirmé que l'effet non réciproque augmente avec l'épaisseur du matériau magnétique figure 2.49 (b). Etant donné que cet effet n'apparaît pas sur nos structures (essentiellement à cause de la faible épaisseur déposée), cela nous permet à dire que cette méthode est adaptable pour caractériser les composites à bases de nanoparticules magnétiques.

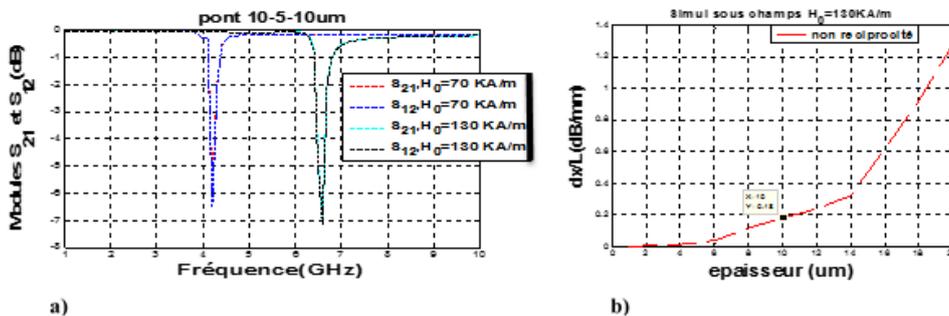


FIGURE 2.49 – (a) Paramètres de transmissions en fonctions de la fréquence (b) effet non réciproque en fonction de l'épaisseur du matériau magnétique à $f=10 \text{ GHz}$

2) Cellule chargée par de la Maghémite

Pour nous rapprocher des limites de réalisation, nous avons étudié un deuxième cas avec une épaisseur de 2 micromètres de maghémite (figure 2.50). Dans cette étude de simula-

tion, nous plaçons le matériau magnétique sur le métal et les fentes comme le cas de YIG.

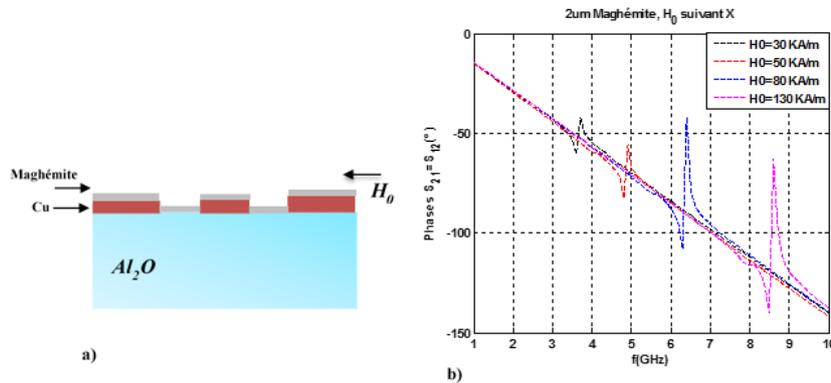


FIGURE 2.50 – (a) Configuration de la maghémite sur la cellule polarisation suivant x , (b) Phase en fonction de la fréquence et champs de polarisation extérieur

L'excitation par champ de polarisation nous permettra de comprendre la cellule chargée par la maghémite massif. Comme précédemment, dans un premier temps nous étudions la polarisation horizontale suivant x (figure 2.50 (a)). La figure 2.50 (b) montre le résultat de simulation de la phase de l'onde en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de champ statique H_0 (30 à 130 KA/m). Nous observons comme précédemment que la fréquence de résonance gyromagnétique augmente en augmentant le champ statique appliqué H_0 . L'absorption est forte à la fréquence de résonance ce qui implique que la perméabilité du matériau magnétique devient nulle. Pour un champ statique $H_0 = 50KA/m$ cette fréquence est égale 5 GHz environ (courbe rouge figure 2.50 (b)). On observe que la perméabilité de la maghémite s'annule à cette fréquence de résonance figure 2.51 (a). De même à $H_0 = 130KA/m$, elle vaut 8,5 GHz ce qui permet de repérer que la perméabilité du matériau devient nulle à cette fréquence figure 2.51 (b).

Cette fois ci, on change la direction du champ de polarisation suivant z sur cette structure

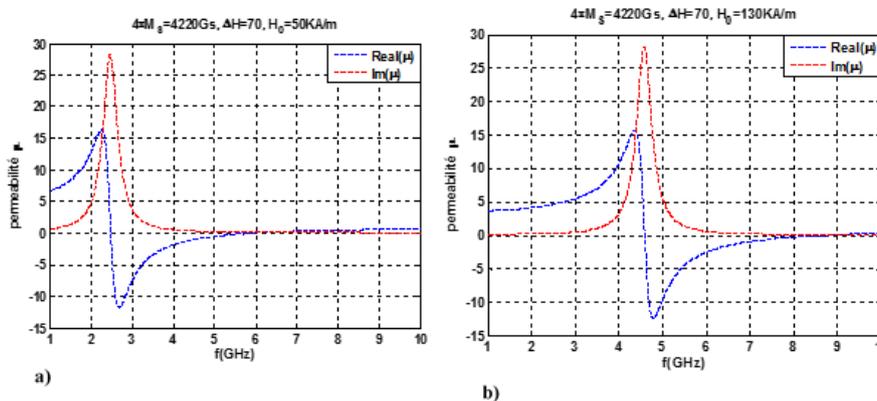


FIGURE 2.51 – Perméabilité complexe en fonction de la fréquence pour deux valeurs de champ statique de la cellule chargée par maghémite

dans les mêmes conditions (figure 2.52 (a)).

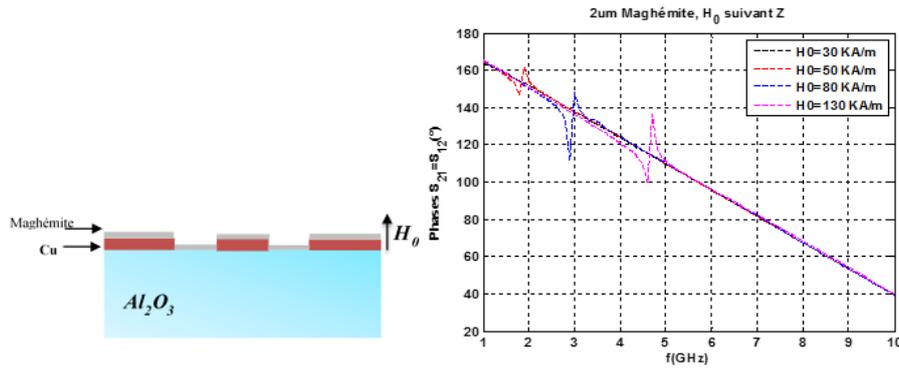


FIGURE 2.52 – (a) Configuration de la maghémite sur la cellule polarisation suivant z , (b) Phase en fonction de la fréquence et champs de polarisation extérieur

Nous constatons également que les fréquences de résonances gyromagnétiques ont baissé par rapport au cas de polarisation suivant x . Les résultats de simulation de la structure polarisée suivant z vertical sont présentés sur la figure 2.52 (b). Ce phénomène s'explique par la propagation de l'onde électromagnétique sur la structure qui n'est pas la même dans les deux cas de polarisations et que le champ démagnétisant ainsi que le champ interne du matériau magnétique diffèrent d'une direction de polarisation à une autre.

Conclusion

CE chapitre a été consacré aux caractérisations électromagnétiques de matériaux. Nous avons présenté les différentes méthodes de caractérisations électromagnétiques existantes dans la littérature, notamment la méthode en espace libre, la méthode en cavité résonnante, la méthode en ligne de transmission et la méthode en guide d'onde. Les principes de mesure de propriétés électromagnétiques de matériaux par ces méthodes sont illustrés. Les avantages et limitations respectifs de ces méthodes ont également été présentés.

Ensuite, nous avons présenté la méthode de perturbation en cavité résonnante avec laquelle nous mesurerons les constantes diélectrique et magnétique au chapitre suivant. Son principe de mesure et les techniques d'extractions de propriétés électromagnétiques ont été établies.

Enfin, nous avons décrit la structure proposée pour étendre les caractérisations sur une large bande de fréquence. Il s'agit d'une ligne de transmission coplanaire. La cellule de mesure est donc une ligne en technologie coplanaire sur laquelle on va déposer du sol-gel gel magnétique. Nous avons fait de simulations sous HFSS pour étudier cette cellule quand elle est chargée par du matériau magnétique. Nous avons fait une première étude isotrope qui nous a permis de comprendre l'interaction de l'onde électromagnétique avec la structure chargée dans différentes zones de la cellule et de proposer des voies de simplifications selon les zones de dépôt du composite. La deuxième étude sur cette cellule consistait à appliquer un champ de polarisation extérieur pour vérifier le comportement électromagnétique de la structure dans une large bande de fréquence du signal.

Cette étude permet de conclure que dans nos applications et nos caractérisations, les effets non réciproques pourront être négligés, principalement à cause de la faible épaisseur déposée. Ceci est un point de simplification important pour les structures complexes comme les lignes métamatériaux.

Toutefois, les variations de phase observées lors des variations d'aimantation montrent la possibilité de conserver de l'agilité sur la réponse magnétique même avec de faibles épaisseurs.

Les résultats expérimentaux sur ces deux méthodes seront présentés au chapitre suivant.

Démarches technologiques, Instrumentations et résultats expérimentaux

Sommaire

Introduction	119
3.1 Etapes technologiques de réalisations et machines utilisées	120
3.1.1 Dépôt de couche mince de cuivre	120
3.1.1.1 Principaux dépôts physiques	120
3.1.1.2 Dépôt de couche mince de cuivre par pulvérisation cathodique	121
3.1.2 Les étapes de photolithographie	122
3.1.2.1 Nettoyage du substrat	122
3.1.2.2 Dépôt de la résine SRP 505	122
3.1.2.3 Premier recuit	122
3.1.2.4 Insolation	122
3.1.2.5 Deuxième recuit	123
3.1.2.6 Développement	123
3.1.2.7 Troisième recuit	123
3.1.2.8 Gravure humide	123
3.1.3 Protection contre l'oxydation de cuivre	124
3.1.3.1 Protection au verni	124
3.1.3.2 Etamage	125
3.1.3.3 Dorure	125
3.2 Techniques de sol-gel	126
3.2.1 Principe général du sol-gel	126
3.2.2 Préparation sol-gel	126

3.2.3	Dépôts sol-gels	128
3.2.4	Traitement thermique	129
3.2.5	Profilomètre	130
3.3	Caractérisation Sol-gels par la méthode cavité résonante	131
3.3.1	Analyseur vectoriel de réseaux	131
3.3.1.1	Définition	131
3.3.1.2	Principe de mesure sous pointes	131
3.3.1.3	Calibrage de l'analyseur	133
3.3.2	Principe de mesure en cavité	134
3.3.3	Banc de caractérisation diélectrique en cavité	135
3.3.4	Banc de caractérisation magnétique en cavité	136
3.3.5	Etude sur les sol-gels dopés d'épaisseurs différentes	137
3.3.5.1	Structure des échantillons	137
3.3.5.2	Mesure diélectrique	138
3.3.5.3	Mesure magnétique	139
3.3.6	Etude sur les sol-gels dopés de concentrations volumiques différentes	140
3.3.6.1	Mesure diélectrique	141
3.3.6.2	Mesure magnétique	141
3.3.7	Précision de mesure en cavité	142
3.3.7.1	Incertitude de mesure	142
3.3.7.2	Analyse d'incertitude	143
3.4	Etude expérimentale sur la cellule CPW de caractérisation	144
3.4.1	Dépôt de sol-gel sur les lignes	144
3.4.2	Réalisation de la cellule de mesure	144
3.4.3	Résultats de mesure sur la cellule	145
	Conclusion	150

Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les études expérimentales menées sur les caractérisations électromagnétiques de sol-gel magnétiques. Dans la première partie, nous présenterons les outils et étapes technologiques utilisés, pour la préparation des matériaux. Puis nous nous attarderons sur les techniques de dépôt de sol-gel existantes dans la littérature. Nous accordons une attention particulière sur le type de dépôt que nous avons choisi.

Dans la troisième partie, les résultats de mesure sur la méthode de caractérisation en cavité résonnante seront présentés. Ainsi, nous ferons deux études différentes. La première va consister à mesurer les paramètres électromagnétiques complexes de composites à bases de nanoparticules magnétiques d'épaisseurs de couches différentes. Et la seconde à vérifier toujours ces paramètres en variant les concentrations volumiques de sol-gels par rapport aux nanoparticules magnétiques.

La dernière partie est destinée à la mise en place de la méthode de caractérisation large bande développée dans cette thèse.

3.1 Etapes technologiques de réalisations et machines utilisées

Dans cette partie, nous présentons la démarche adoptée pour la réalisation des composants étudiés au cours de cette thèse. Ces étapes sont les suivantes : Dépôt couche mince de cuivre, insolation ultraviolet, gravure humide et dépôt du sol-gel magnétique.

3.1.1 Dépôt de couche mince de cuivre

Pour la réalisation des motifs de deux composants présentés au chapitre 1 (résonateur et méta-ligne), une couche mince de cuivre est nécessaire. Le dépôt de couches minces est une technique qui consiste à déposer un film d'un matériau (cuivre dans notre cas) quelconque sur un substrat (alumine dans notre cas). Plusieurs techniques de dépôt existent dans la littérature qui peuvent se classer en deux grandes catégories : les dépôts chimiques et les dépôts physiques. Dans les paragraphes qui suivent, seules les techniques de dépôts physiques sont présentées, car ce sont celles que nous avons à disposition pour ce travail.

3.1.1.1 Principaux dépôts physiques

Ces techniques de dépôts sont également appelées de dépôts physiques en vapeur qui se réalisent sous vide et qui utilisent le principe de transfert de matière d'une source contenant le matériau à développer vers un substrat afin de former la couche déposée. On trouve trois principaux types de dépôts physiques :

- Dépôt par évaporation : il consiste à évaporer le matériau à déposer situé dans un creuset sous vide par chauffage à haute température ou à l'aide d'un faisceau d'électrons. Ce matériau se dépose par condensation sur le substrat pour former la couche mince ;
- Dépôt par ablation Laser : celui-ci consiste à envoyer un faisceau laser de puissance élevée sur la cible, lors du contact du laser avec la cible, matière s'arrache de la cible pour se déposer sur le substrat ;
- Dépôt par pulvérisation cathodique : la formation de la couche est obtenue par bombardement des ions argons de la cible reliée à la borne négative de l'électrode (cathode) alors que le substrat est relié à la borne positive de l'électrode (anode). Lors du bombardement de la cible, les particules arrachées par les ions argons viennent pour se déposer sur le substrat placé en face de la cible à quelques centimètres. Les dépôts physiques présentent comme avantages, la facilité de leur réalisation, peu de risques de pollution et les films obtenus après dépôt sont denses. Les inconvénients

de ces types de dépôts sont le coût des machines et la non uniformité de l'épaisseur d'une couche déposée.

C'est la technique de pulvérisation cathodique qui a été utilisée dans la réalisation de nos dispositifs pour faire de dépôt de couche mince de cuivre sur le substrat d'alumine.

3.1.1.2 Dépôt de couche mince de cuivre par pulvérisation cathodique

Le dépôt de cuivre réalise une pleine plaque d'une couche conductrice qui permettra d'obtenir le motif métallique sur le substrat (figure 3.1) après les étapes photolithographie. Il faut noter qu'un nettoyage rigoureux des substrats dans deux bains (acétone et éthanol) est indispensable juste avant l'installation de l'échantillon dans la machine. La machine utilisée au laboratoire pour faire le dépôt est de marque TSD 350 du groupe HEF figure 3.2.



FIGURE 3.1 – *Dépôt de cuivre sur le substrat d'alumine (vue en coupe)*

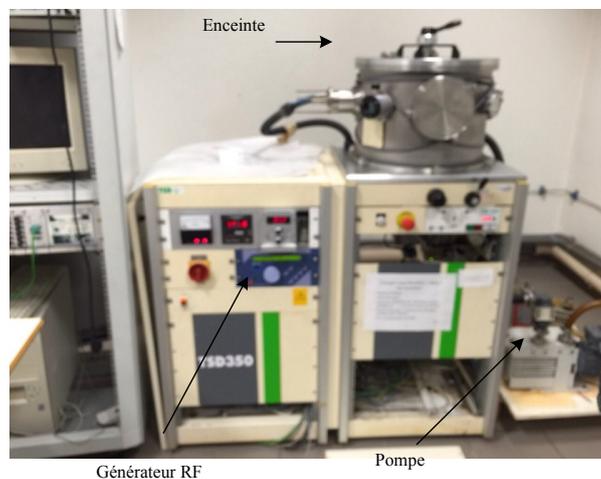


FIGURE 3.2 – *Photographie du banc de dépôt d'une couche mince de cuivre*

Cette machine fonctionne sur le principe de la pulvérisation cathodique radiofréquence (RF). Elle est constituée d'une enceinte sous vide, deux électrodes (anode et cathode), d'un générateur RF de 13,13 MHz, de deux pompes à vide et de circuits de refroidissement. Le substrat est fixé à l'anode et la cible est fixée à la cathode.

Le principe de fonctionnement de ce bati se résume comme suit. Pour commencer il faut assurer une descente en vide dans l'enceinte et l'envoi contrôlée d'un flux d'argon par une vanne régulée. La différence de potentiel entre l'anode et la cathode créé par

le générateur RF fera apparaître une décharge luminescente correspondant à l'ionisation des atomes d'argon. On parle alors de la présence d'un plasma. Les ions argons viennent frapper les atomes de la surface de la cible. Ces atomes sont ensuite arrachés et projetés sur la surface du substrat. Ceci fait apparaître le dépôt d'une couche mince sur le substrat. Lors de ce dépôt quelques paramètres essentiels sont à prendre en compte, il s'agit de la puissance de dépôt, de la distance entre substrat et la cible, du réglage de débit d'argon, de la pression dans l'enceinte et du temps de dépôt. Ces paramètres doivent être maintenus constants pendant toutes les opérations de dépôt. Dans la réalisation de nos dispositifs, nous avons fixé ces paramètres aux valeurs qui sont dans le tableau 3.1.

Puissance dépôt (W)	Temps dépôt(mn)	Débit d'argon (sccm*)	Distance cible substrat (cm)
300	30	20	6,7

TABLE 3.1 – Quelques valeurs de paramètres de dépôt de couche mince de cuivre

Après avoir réalisé le dépôt des couches minces de cuivre sur le substrat, nous allons ensuite procéder aux étapes de photolithographie.

3.1.2 Les étapes de photolithographie

Ces étapes s'effectuent en salle blanche et permettent de transférer l'image d'un masque sur un substrat. Nous décrivons dans ce sous paragraphe les principales étapes de photolithographie.

3.1.2.1 Nettoyage du substrat

Le nettoyage est une étape indispensable pour éliminer les particules qui peuvent s'installer sur la surface du substrat après le dépôt. Cette étape consiste à introduire le substrat dans des bains à ultrasons d'acétone puis d'éthanol pendant 10 minutes chacun. Il faut également un rinçage à l'eau courante pendant 10 minutes.

3.1.2.2 Dépôt de la résine SRP 505

La résine SRP 505 est une résine positive qui permet d'obtenir l'image réelle du masque sur le substrat. C'est une solution qui sera étalée sur toute la surface du substrat à l'aide de la tournette. La vitesse de rotation de cette tournette permet de contrôler l'épaisseur de la résine déposée sur le substrat. Il est indispensable d'utiliser un promoteur Surppass 4000 pour améliorer l'adhérence de la couche de résine sur le substrat.

3.1.2.3 Premier recuit

Cette première phase de recuit consiste à mettre l'échantillon sur une plaque chauffante à 110°C pendant 90 secondes pour éliminer les solvants et de densifier la résine.

3.1.2.4 Insolation

C'est l'étape qui permet de transférer l'image du masque sur le substrat. Après avoir positionné le masque sur le substrat, une source de rayonnement ultra-violet(UV) est appliquée pendant 5 secondes environ. Lors de l'insolation, la résine sous les parties opaques du masque ne sera pas exposée au rayonnement UV. Les propriétés de cette résine sont fragilisées lors de son exposition sur ce rayonnement UV. Suite à ce rayonnement, il y aura une rupture de macromolécules dans les zones exposées de la couche cuivre. La figure 3.3 montre la photographie de la machine avec laquelle s'effectue l'insolation UV.

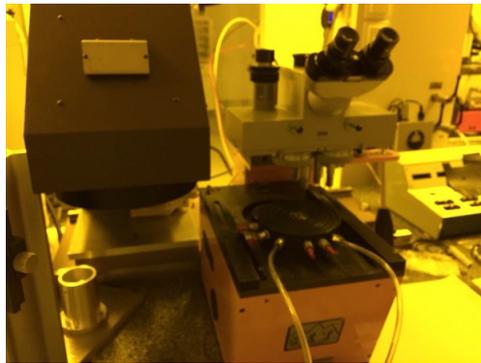


FIGURE 3.3 – Photographie du banc d'insolation UV

3.1.2.5 Deuxième recuit

Celui-ci se réalise juste après l'insolation. Il consiste cette fois-ci à introduire l'échantillon au four à 110°C pendant 90 secondes comme précédemment. Ce recuit permet de durcir la résine qui a été déposée sur le substrat.

3.1.2.6 Développement

Cette opération consiste à plonger le substrat dans un bain contenant quelques centilitres du produit développeur ou révélateur. Ceci permet d'enlever la résine SPR505 dans les zones insolées.

3.1.2.7 Troisième recuit

Ce dernier recuit consiste également à placer les échantillons au four pendant 4 minutes. Il permet de durcir davantage la résine afin d'éviter l'attaque au perchlorure de fer lors de la phase de gravure du cuivre.

3.1.2.8 Gravure humide

C'est l'étape finale. Elle a pour objectif d'enlever les parties exposées de la couche de résine aux UV afin d'obtenir le motif souhaité (image masque). Le principe de gravure consiste à diluer du perchlorure de fer avec de l'eau tiède (50%) du volume de solution).

Nous introduisons les échantillons dans cette solution (avec une agitation lente) afin d'obtenir une gravure uniforme sur le substrat.

Nous résumons de façon très schématique les principales étapes de fabrication énumérées précédemment figure 3.4.

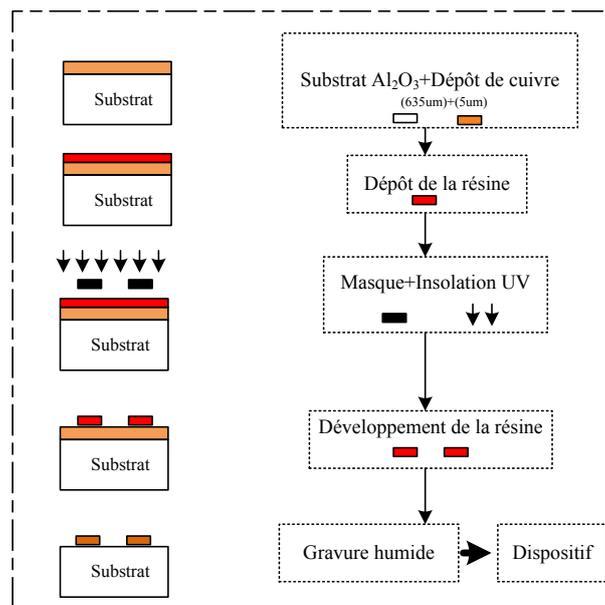


FIGURE 3.4 – Schéma descriptif des principes étapes de fabrication

Nous présentons les photographies suivantes qui illustrent les motifs réalisés après avoir respecté toutes les étapes précédentes figure 3.5.

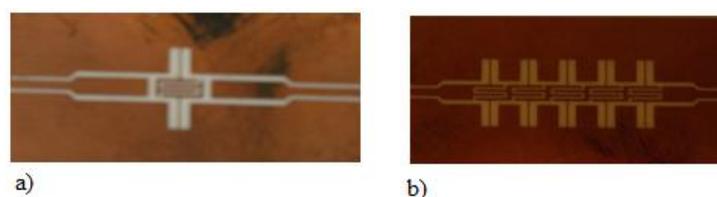


FIGURE 3.5 – Photographies de dispositifs réalisés : a) résonateur, b) méta-ligne

Après avoir réalisé des dispositifs, il est nécessaire de protéger les couches conductrices (cuivre dans notre cas) contre l'oxydation.

3.1.3 Protection contre l'oxydation de cuivre

On trouve plusieurs techniques pour protéger les couches conductrices de composants réalisés contre les éventuelles oxydations. Dans cette partie, nous décrivons quelques techniques utilisées pour protéger les couches conductrices de dispositifs déjà réalisés.

3.1.3.1 Protection au verni

C'est une technique qui utilise une solution contenant un verni dans une bombe sous pression appelée un spray « positif20 ». Cette solution liquide est ainsi pulvérisée sur la couche du cuivre à protéger. Pour nettoyer cette protection, il suffit de plonger les dispositifs dans un bain d'acétone. L'avantage de cette technique est sa facilité d'utilisation et le fait de pouvoir retirer le verni avant de faire de mesure sur les dispositifs. Son principal défaut est que la durée de protection est courte. Souvent cette protection est utilisée sur les couches pleine plaque c'est-à-dire avant la réalisation du motif.

3.1.3.2 Etamage

Cette technique permet de revêtir la surface métallique avec une couche d'étain en solution. Le principe de cette technique consiste à immerger pendant quelques secondes (30 maxi) le substrat sur lequel la couche du cuivre a été déposée dans un bain d'étain en solution et le retirer aussitôt en le secouant. L'avantage de cette technique est sa facilité de mise en œuvre. Par contre son principal inconvénient est la difficulté de retirer la couche d'étain de la couche cuivre pour pouvoir déposer du sol-gel.

3.1.3.3 Dorure

Cette technique a été utilisée depuis l'antiquité pour rehausser les objets précieux tout en les recouvrant d'or. Elle est utilisée également en microélectronique afin de protéger les conducteurs contre l'oxydation. L'avantage de cette technique est la protection du cuivre sur une longue durée.

Dans le cadre de nos travaux, nous avons utilisé principalement la protection au verni.

3.2 Techniques de sol-gel

Dans cette section, nous allons présenter les étapes nécessaires aux dépôts de sol-gel pour la fabrication de nos composants agiles en fréquences.

3.2.1 Principe général du sol-gel

Le principe de base des procédés sol-gel repose sur un processus solution-gélification en utilisant un précurseur pour former un réseau d'oxyde par des réactions de polymérisation inorganique. Selon la nature du précurseur, on peut distinguer deux voies : la voie inorganique dans laquelle le précurseur est un sel métallique en solution dans l'eau et la voie métallo-organique dans laquelle le précurseur est un alcoxyde dissout dans un solvant organique. Le procédé sol-gel se fait en deux grandes étapes : Hydrolyse et polycondensation. L'hydrolyse est une substitution nucléophile d'un ligand OH à un ligand OR. On crée la fonctionnalité du précurseur vis-à-vis de la polycondensation.

3.2.2 Préparation sol-gel

Nous avons utilisé la méthode 10 :3 :3 pour faire le mélange (10 moles de silicium pour 3 moles de zirconium pour 3 moles d'acide méthacrylique). Le mélange se fait sur un banc équipé de matériels pour la préparation du sol-gel figure 3.6. Après avoir préparé la matrice, nous introduisons gouttes à gouttes le ferrofluide pour doper le sol-gel.



FIGURE 3.6 – Banc de préparation sol-gel

La matrice de silice s'obtient à partir des mélanges successifs de précurseurs métalliques. Ces mélanges s'effectuent en quatre étapes : Agent protecteur (figure 3.7), préhydrolyse (figure 3.8), hydrolyse (figure 3.9) et polycondensation (3.10).

L'insertion des dopants spécifiques au sein de la matrice sol-gel permet de créer des matériaux spécifiques ouvrant la voie à des nombreuses applications.

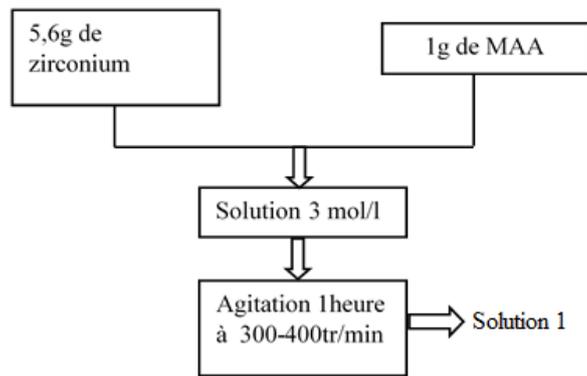


FIGURE 3.7 – Preparation d'agent protecteur (MAA : méthacril-acid)

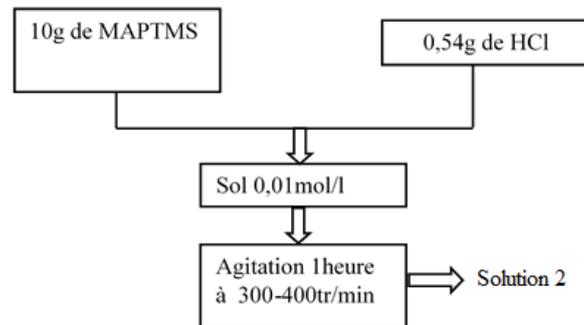


FIGURE 3.8 – Préhédrolyse (MAPTMS : methacryoxy-propiltrimethoxy-silane)

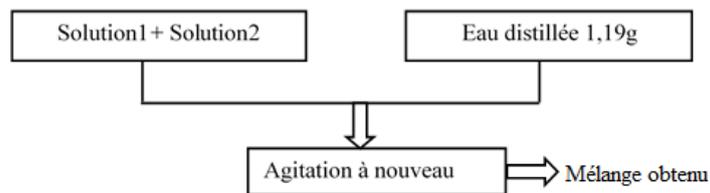


FIGURE 3.9 – Hydrolyse

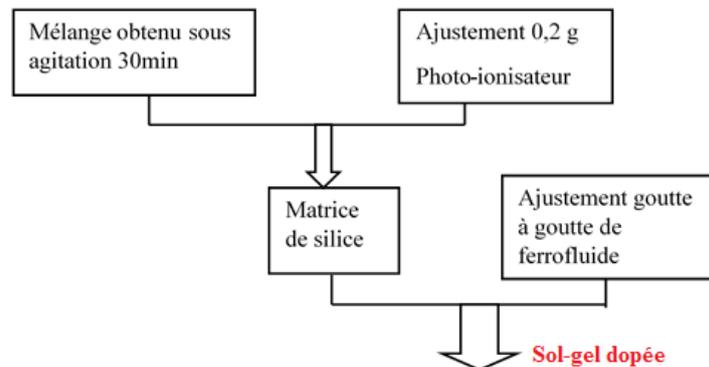


FIGURE 3.10 – Polycondensation

3.2.3 Dépôts sol-gels

Une fois le sol-gel préparé il faut le déposer sur les structures prévues. Il existe plusieurs types de technique de dépôt sol-gel dans la littérature dont trois permettent de contrôler l'épaisseur de couches à réaliser à savoir :

1) Spin coating : La méthode de spin coating (enduction centrifuge) permet de réaliser par centrifugation une couche mince à partir d'une solution déposée en excès sur un substrat. Le substrat est mis en rotation pour que le liquide s'étale sur ce dernier figure 3.11.

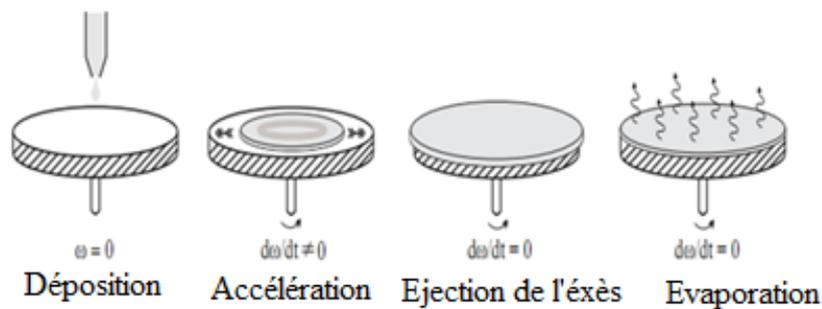


FIGURE 3.11 – Différentes étapes de dépôt de spin coating [65]

2) Minuscus coating : Le minuscus coating (enduction laminaire) est un procédé de préparation des revêtements de surfaces planes ou courbées. Il consiste à déposer un matériau polymère par l'intermédiaire d'un applicateur poreux sur la surface du substrat ou objet à traiter figure 3.12.

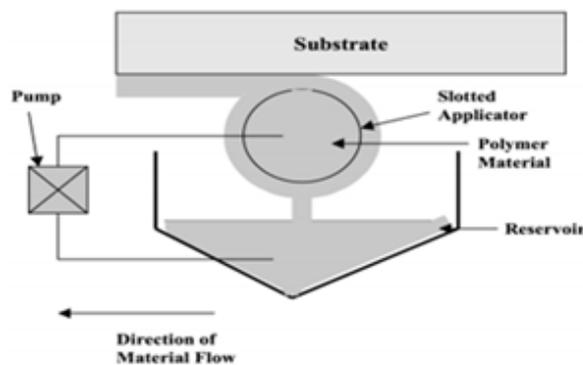


FIGURE 3.12 – Différentes étapes de dépôt de spin coating [120]

3) Dip coating : Le principe de cette technique consiste à immerger le substrat dans la solution puis à le retirer dans des conditions très contrôlées et stables pour obtenir un film d'épaisseur régulière [65]. En effet quand on retire le substrat, celui-ci sera recouvert

d'un film uniforme (liquide installé sur le substrat figure 3.13). Le tirage se fait à vitesse constante.

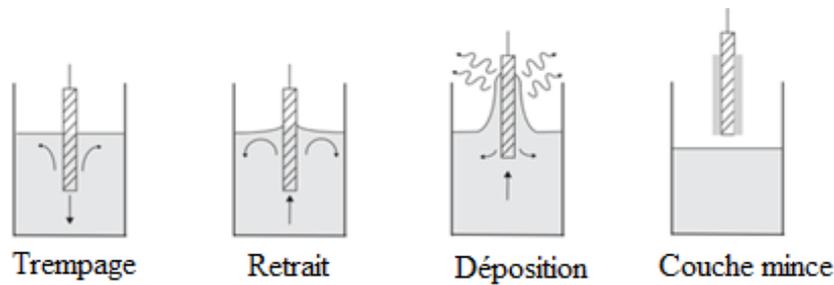


FIGURE 3.13 – Différentes étapes de dépôt dip coating [65]

Cette méthode est utilisée au laboratoire pour la réalisation des dispositifs dans le domaine de l'optique. Nous avons utilisé également cette technique pour déposer le sol-gel dopé en ferrofluide afin de mesurer les constantes diélectrique et magnétique à l'aide de la méthode en cavité résonante. La figure 3.14 indique la photographie du banc de tirage de sol-gel.



FIGURE 3.14 – Banc de tirage

Pour certaines dépôt manuel de nos applications, il faut déposer du sol-gel uniquement en certains endroits spécifiques. Aussi dans ce type d'application, nous avons utilisé des micropipettes.

Après avoir fait le dépôt de sol-gel sur le substrat, il faut réaliser un traitement thermique.

3.2.4 Traitement thermique

Cette étape consiste à faire sécher le sol-gel liquide afin d'assurer une bonne adhérence des solutions déposées sur les substrats. Nous introduisons les échantillons dans le four pendant une heure à 100°C figure 3.15. Ensuite, il faut laisser refroidir tous les échan-

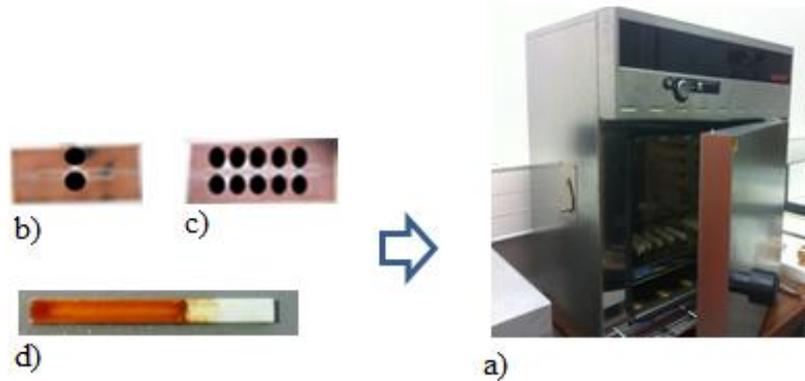


FIGURE 3.15 – *Traitement thermique : a) four, b) résonateur, c) méta-ligne, d) sol-gel sur alumine*

tillons à l'air libre. A cette étape des réalisations, il est souvent important de mesurer les épaisseurs des couches de sol-gel déposées effectivement sur les substrats.

3.2.5 Profilomètre

Le profilomètre est un instrument de mesure de l'épaisseur de couche d'un matériau. Les échantillons préparés sont ainsi mesurés au profilomètre afin de vérifier leurs épaisseurs. La photographie de cet instrument est indiquée à la figure 3.16.



FIGURE 3.16 – *Photographie de l'instrument de mesure d'épaisseur, DEKTAK XT*

En pratique, il faut laisser une marge sur le substrat (figure 3.15 (d)) lors de tirage de sol-gel qui sert de référence à la pointe de mesure de l'instrument. Cette 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 transformée en tension électrique grâce à un transformateur différentiel. On obtient alors sur l'écran cette variation verticale de la position de la pointe en fonction de la

distance qu'elle a parcourue sur l'échantillon. Ceci permet de déterminer l'épaisseur de l'échantillon. La mesure par cette machine se fait avec une précision de 1%.

Après avoir mesuré les épaisseurs des échantillons, il devient possible de passer aux caractérisations des propriétés électromagnétiques des matériaux déposés.

3.3 Caractérisation Sol-gels par la méthode cavité résonante

Cette partie présente des résultats de mesures diélectriques et magnétiques sur des sol-gels dopés. Nous présentons des mesures sur plusieurs échantillons qui diffèrent par leurs épaisseurs, concentration et condition de mesures. La mesure de nos dispositifs coplanaires a été réalisée par un analyseur couplé à un testeur sous pointes. La méthode utilisée pour faire les caractérisations électromagnétiques en bande X (9 GHz) est celle de la cavité résonante présentée au chapitre 2 à la section 2. Ensuite, nous présentons la précision de mesure de cette méthode.

3.3.1 Analyseur vectoriel de réseaux

3.3.1.1 Définition

Dans notre travail, la majorité des mesures qui nous intéressent sur les matériaux déposés ou les structures réalisées doivent être faites en haute fréquences. A cet effet, l'analyseur de réseaux est devenu l'outil de mesures en HF pour la caractérisation. Il existe deux grandes familles d'analyseurs de réseaux :

- Les scalaires qui mesurent uniquement le module
- Les vectoriels qui peuvent mesurer simultanément le module et la phase.

L'analyseur que nous avons utilisé au laboratoire Hubert Curien pour mesurer nos dispositifs agiles en fréquences (présentés au chapitre 1) est de type vectoriel et de marque RHODE & SCHWARZ ZVA 67 (10 MHz-67 GHz) (figure 3.17). Il permet la mesure à deux ports ; il est composé d'un générateur de fréquence, d'une unité centrale et d'une interface pour l'affichage de résultats.

Les résultats de mesures obtenus et les données peuvent être sauvegardés dans l'unité centrale pour des utilisations ultérieures.

L'analyseur est associé à un testeur sous pointes avec trois bras de positionnement qui sont à 120° les uns des autres ; mais il peut aussi être configuré avec deux pointes mises à 180° (cas de notre mesure). Ces pointes permettent d'injecter le signal dans le dispositif sous test (DST) et de faire les mesures.

Les paramètres S mesurés (voir annexe) peuvent être tracés en module, en phase et sous forme complexe (coordonnées polaires et abaque de Smith).

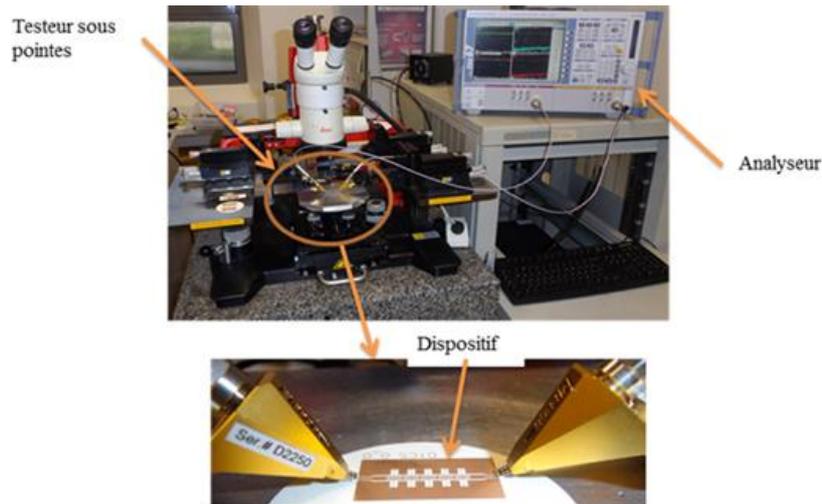


FIGURE 3.17 – *Analyseur vectoriel de réseaux couplé au testeur sous pointes*

3.3.1.2 Principe de mesure sous pointes

Il faut envoyer un signal sinusoïdal (onde) par l'analyseur via des câbles sur le dispositif sous test (DST) afin de déterminer les paramètres S de ce dispositif.

Le signal arrive aux ports du composant dont on veut mesurer les paramètres S .

Le principe de fonctionnement de l'analyseur vectoriel de réseaux est illustré à la figure 3.18. Les ports de l'analyseur sont excités successivement les uns après les autres afin de pouvoir relever les signaux réfléchis et transmis. L'excitation doit être, par exemple, du port1 vers le port2 pour mesurer les paramètres S_{11} et S_{21} ou de port2 vers le port1 pour mesurer S_{22} et S_{12} . A l'intérieur se trouve un coupleur directif, qui prend comme référence une partie du signal délivré par le générateur de fréquence. Ce signal relevé représente le signal incident (a_1). Il excite le port1 et une partie sera transmise (b_2) et l'autre réfléchi (b_1).

En plus, des détecteurs permettent la détermination de ces signaux indiqués sur le schéma de principe figure 3.18. A partir de ces signaux incidents, transmis et réfléchis, on peut déterminer les différents paramètres d'après les équations présentés en annexe. Finalement, le module et la phase des signaux mesurés sont traités à l'aide du processeur (passage domaine temporel, échelle dB, ...).

Le système est symétrique et les mesures se font en excitant alternativement les deux ports. Ils existent des erreurs (aléatoires, dérives et systématiques) sur les mesures c'est pourquoi, un étalonnage (ou calibrage) de l'analyseur est nécessaire avant de procéder aux mesures.

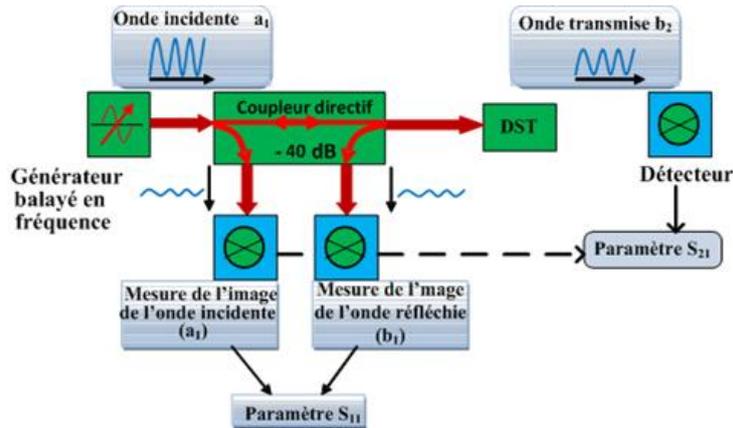


FIGURE 3.18 – Schéma de principe de mesure d'un analyseur vectoriel de réseau

3.3.1.3 Calibrage de l'analyseur

L'objectif de l'étalonnage ou calibrage consiste à s'affranchir des erreurs systématiques introduites lors d'une mesure. Les conditions ne sont pas identiques à chaque mesure et cela engendre des erreurs détaillées dans [121]. Le calibrage consiste donc à obtenir un système de mesure quasi-parfait (présentant peu de défauts non corrigés) en se basant sur la mesure des standards (étalons) particuliers dont les paramètres, en transmission ou en réflexion, sont parfaitement connus. Ces standards peuvent être des courts-circuits (short), des circuits ouverts (open), des charges (load) ou des lignes (thru). Ils permettent l'acquisition suffisante d'information pour le calcul des termes d'erreurs. On distingue deux types d'étalonnages [122] : L'étalonnage par normalisation et l'étalonnage vectoriel.

1) Calibrage par normalisation

Le principe de ce calibrage est de mesurer la fonction de transfert de l'analyseur sans connecter le DST puis en sa présence. Le rapport entre ces deux fonctions de transfert donne celle du DST. Ce calibrage est simple et rapide mais ne permet pas de corriger toutes les erreurs de mesure.

2) Calibrage vectoriel

Le principe de ce calibrage est la détermination des systèmes d'équations des paramètres S mesurés en fonction des paramètres S réels du DST. Il est précis et corrige toutes les erreurs mais il est difficile à mettre en œuvre. Les mesures sont possibles avec l'étalonnage one port (un port) ou two ports (deux ports).

a) Etalonnage one port (1)

Ce type d'étalonnage est limité car il prend en compte seulement trois erreurs systématiques (directivité, désadaptation de la source et la réponse fréquentielle de la détection en réflexion). Pour corriger les trois erreurs, il faut nécessairement trois mesures sur les standards (open, short et load).

b) Etalonnage two port (2)

Pour celui-ci, les douze (12) erreurs sont prises en compte, et donc douze (12) mesures sont à effectuer pour le calibrage. Il nécessite des mesures sur six (6) standards de part et d'autre des ports : le standard thru (2 erreurs), l'isolation (1 erreur), open (1 erreur), short (1 erreur) et load (1 erreur). Cependant, plusieurs méthodes d'étalonnage ont été développées et leur choix d'utilisation dépend des structures des composants et également de la gamme de fréquence utilisée [123]. Nous citons ainsi quelques méthodes : OSTL, OST, OSL, TRL, LRL, LRM, etc. O : open ; S : short ; T : thru ; L : load ou line ; R : reflect ; M : match.

Les données de toutes les mesures (sur les standards et le dispositif sous test) sont mémorisées et l'extraction d'erreurs est possible en utilisant différents algorithmes [124]. Dans le cas de mesures de nos dispositifs présentés au chapitre 1, nous avons utilisé l'étalonnage deux ports de type OSTL. Mais pour le cas de mesure en cavité résonante, nous allons utiliser l'étalonnage un port.

3.3.2 Principe de mesure en cavité

Les matériaux à caractériser dans ce travail, sont des composites sol-gel magnétiques obtenus par le mélange de silice qui constitue la matrice et des particules de maghémite (ferrofluide) qui représente le dopant de la solution magnétique (taille des particules magnétique 10 nm). Cette solution est déposée sur un substrat d'alumine pour pouvoir mesurer ses propriétés électromagnétiques (perméabilité et permittivité complexes). Le dépôt de sol-gel sur la cellule de mesure a été faite par la méthode de trempage/retrait (dip coating). La figure 3.19 montre une photo des éléments qui permettent de réaliser les échantillons à insérer dans la cavité de mesure.



FIGURE 3.19 – Photographie de substrat utilisé en cavité : a) substrat à vide, b) dépôt sol-gel sur le substrat

Nous rappelons que l'analyse électromagnétique de la cavité permet alors de faire une approximation de petites perturbations sur la constante diélectrique effective complexe par :

$$\varepsilon'_{eff} = 1 + \frac{\Delta f V_c}{2f_0 V_e} \quad (3.1)$$

$$\varepsilon''_{eff} = \frac{1}{4} \left(\frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_0} \right) \frac{V_c}{V_e} \quad (3.2)$$

Δf est le décalage de la fréquence de résonance donné par l'expression $\Delta f = f_0 - f_1$. Avec f_0 et f_1 représentent respectivement les fréquences de résonance à vide et à charge.

Q_0 et Q_1 représentent respectivement les coefficients de qualité de la cavité à vide et à charge. La cavité utilisée dans cette étude est de forme rectangulaire figure 3.20.

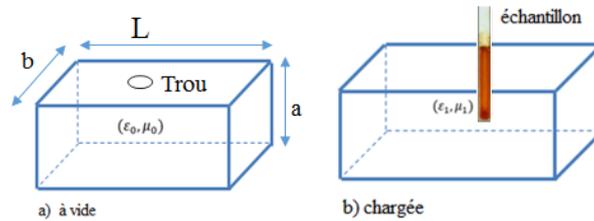


FIGURE 3.20 – Cavité réctangulaire : a) Cavité à vide, b) Cavité chargée

V_C est le volume de la cavité donné par l'expression :

$$V_C = a \times b \times L \quad (3.3)$$

a, b et L désignent respectivement la largeur, l'épaisseur et la longueur de la cavité figure 3.20.

V_e est le volume de l'échantillon donné par :

$$V_e = a_1 \times b_1 \times (d_1 + d_2) \quad (3.4)$$

a_1 et b_1 représentent respectivement la largeur et la longueur de l'échantillon. Et d_1 et d_2 sont respectivement les épaisseurs de substrat d'alumine et de sol-gel dopé en ferrofluide. Les épaisseurs des couches minces de sol-gels dopés sont mesurées par profilomètre.

3.3.3 Banc de caractérisation diélectrique en cavité

La source d'excitation pour la mesure est un analyseur de réseau de marque Agilent PNA-L dont la gamme de fréquence pour varier de 10MHz à 40 GHz. Pour les mesures en cavité, nous utilisons des câbles coaxiaux de type K. Le signal émis par la source d'excitation est divisé en deux à l'entrée de la cavité. Une partie de ce signal pénètre dans la cavité et l'autre partie sera réfléchi vers la source. A la résonance de la cavité, une grande partie du signal incident est absorbée par la cavité et le coefficient de réflexion tend alors vers zéro. Par contre, loin de la fréquence de résonance, la réflexion du signal est quasiment totale. Pour la mesure de la permittivité complexe $\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$ et de la perméabilité complexe $\mu^* = \mu' - j\mu''$, 2 cavités sont nécessaires (voir chapitre 2 section 2). La mesure de ε^* s'effectue avec une cavité (figure 3.21) dont la possibilité du trou permettant l'insertion de l'échantillon est différente de la cavité permettant la mesure de μ^* (figure 3.22).

Sur les photos des figures 3.21 et 3.22 on peut apercevoir des vis placées en amont de la cavité. Ces dernières servent à régler les modes d'excitation en entrée de la cavité.

FIGURE 3.21 – Cavité pour la mesure de ε^* FIGURE 3.22 – Cavité pour la mesure de μ^*

Dans le cas des mesures diélectriques, on choisit le mode où la présence de l'échantillon modifie la fréquence de résonance de la cavité. Dans le cas des mesures magnétiques, on choisit par contre le mode où la présence de l'échantillon ne change pas la fréquence de résonance.

Les différentes cavités sont de dimensions identiques. Ces dernières sont répertoriées sur le tableau 3.2.

a (mm)	b (mm)	L (mm)
22.7	10	48.3

TABLE 3.2 – Dimensions des cavités

Une photographie du banc complet de mesure de ε^* est donné sur la figure 3.23.

3.3.4 Banc de caractérisation magnétique en cavité

Dans le cas de la mesure magnétique, nous devons bien sûr utiliser la cavité adaptée, mais nous devons également être capable d'aimanter le matériau et de faire varier cette aimantation. Pour cela le banc de mesure de la perméabilité complexe est équipé d'un électroaimant, d'une source de courant et d'une sonde (Gaussmètre) pour la mesure du champ appliqué.

La cavité est alors placée dans l'entrefer de cet aimant (figure 3.24).

Les résultats de mesures diélectriques et magnétiques sur les deux études sont présentés aux paragraphes suivants.

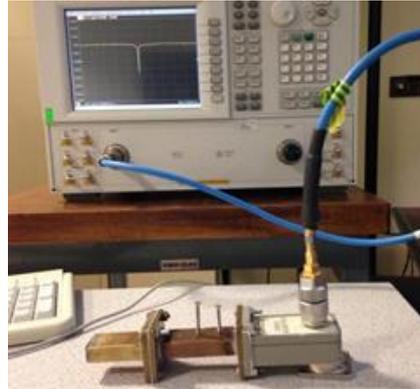


FIGURE 3.23 – Photographie du banc de caractérisation équipé de la cavité pour la mesure diélectrique



FIGURE 3.24 – Photographie du banc de mesure de μ^* équipé de la cavité et d'un électroaimant

3.3.5 Etude sur les sol-gels dopés d'épaisseurs différentes

Le principe consiste à tremper des substrats dans une solution de même concentration volumique (sol-gel) avec des vitesses de retrait différentes pour obtenir des épaisseurs différentes de couches de sol-gels dopés.

Nous mesurons deux échantillons de sol-gels d'épaisseurs différentes mais de même concentration volumique ferrofluide magnétique/matrice de silice (8,8%) dans la préparation des solutions.

3.3.5.1 Structure des échantillons

Le sol-gel est déposé sur une languette d'alumine rectangulaire (figure 3.25). Les dimensions (substrat + sol-gel) sont repertoriées dans le tableau 3.3.

a_1 (mm)	b_1 (mm)	d_1 (mm)	d_2 (épaisseur sol-gel)
10	3	0.635	selon la réalisation

TABLE 3.3 – Dimensions de substrat

Afin d'estimer l'épaisseur de sol-gel déposé, les échantillons sont passés au profilomètre. La figure 3.26 montre le résultat de la mesure d'épaisseur.

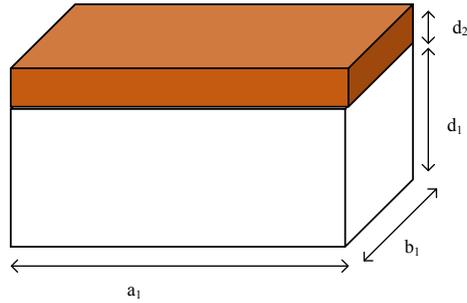


FIGURE 3.25 – Languette d'alumine et couche mince de sol-gel

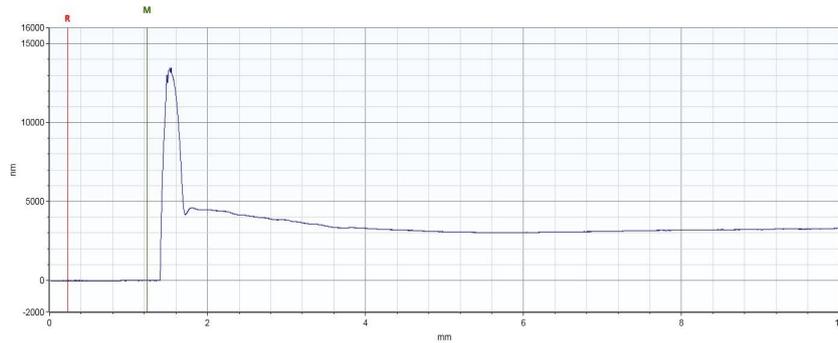


FIGURE 3.26 – Courbe de mesure à l'aide du profilomètre

Comme on le voit, cette épaisseur n'est pas homogène. Pour déterminer l'épaisseur d_2 , qui nous servira à extraire les propriétés électromagnétiques, il est donc nécessaire de faire une moyenne sur la surface de l'échantillon ($d_2=3 \text{ um}$).

3.3.5.2 Mesure diélectrique

Il s'agit de mesurer la permittivité relative complexe des différentes couches de sol-gels dopées en ferrofluide. Ces couches ont été déposées sur des substrats d'alumine. Le paramètre diélectrique complexe est calculé à partir de l'approche proposée reliant la permittivité effective d'un matériau bicouche avec les épaisseurs et les propriétés diélectriques des couches respectives. En mesurant la réponse en réflexion de la cavité (figure 3.27), nous estimons le changement des paramètres de résonance (f , Q) provoqué par la présence de l'échantillon (couche/substrat) dans la cavité. Ensuite nous appliquons la méthode des perturbations pour extraire les constantes diélectriques effectives (équations 3.1 et 3.2).

Après extraction des grandeurs effectives, les équations suivantes permettent de calculer les constantes diélectriques du sol-gel dopée.

$$\varepsilon'_{sol-gel} = \frac{\varepsilon'_{eff} \times (d_1 + d_2) - \varepsilon'_{substrat} \times d_1}{d_2} \quad (3.5)$$

$$\varepsilon''_{sol-gel} = \frac{\varepsilon''_{eff} \times (d_1 + d_2) - \varepsilon''_{substrat} \times d_1}{d_2} \quad (3.6)$$

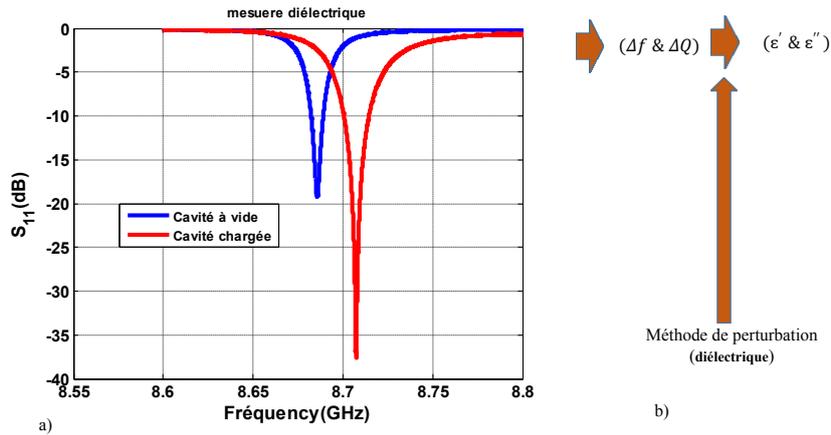


FIGURE 3.27 – (a) Paramètre de réflexion en fonction de la fréquence, (b) méthode de perturbation

$$\tan(\delta) = \frac{\varepsilon''_{sol-gel}}{\varepsilon'_{sol-gel}} \quad (3.7)$$

Les mesures en cavité donnent une fréquence de résonance à vide de 8,73 GHz à -38 dB et celle à charge de 8.66 GHz à -18 dB (figure 3.27). En utilisant les équations de la méthode de perturbation (équations 3.5, 3.6 et 3.7) sur ces résultats, les valeurs diélectriques du sol-gel dopé sont données au tableau 3.4.

Echantillons	ε'	ε''	$\tan(\delta)$
Sol-gel dopé (24 μm)	4.4327	0.0680	1.5×10^{-2}
Sol-gel dopé (32 μm)	4.3770	0.09380	2.1×10^{-2}

TABLE 3.4 – Permittivités de sol-gels dopés de deux échantillons de même concentration et d'épaisseurs différentes

Nous constatons que les valeurs extraites des permittivités sont quasi-identiques dans les deux cas. On peut noter que le signal interagit avec les mêmes types de nanoparticules dans le sol-gel. Ceci nous permet de confirmer que la constante diélectrique est la même pour ce sol-gel dopé à 8,8% quelque soit son épaisseur. Cette petite variation peut être imputée aux erreurs de mesures et le positionnement de l'échantillon dans le trou de la cavité. Nous avons donc des épaisseurs suffisantes pour extraire correctement les propriétés.

3.3.5.3 Mesure magnétique

Il s'agit de mesurer la perméabilité relative des différents échantillons qui ont été mesurés précédemment. Lorsqu'un matériau magnétique est aimanté, sa perméabilité magnétique est une grandeur tensorielle en hyperfréquence. L'évolution de la perméabilité en fonction de la fréquence dépend fortement de l'état de l'aimantation du matériau. Ces mesures s'effectuent toujours sous champ appliqué parallèlement au plan de l'échantillon.

Pour cette mesure, on utilise la cavité dont l'échantillon se place à l'endroit où le champ magnétique est maximal. La mesure de la perméabilité complexe se fait à l'aide de la méthode de perturbation figure 3.28. La grandeur complexe μ peut se déterminer à partir

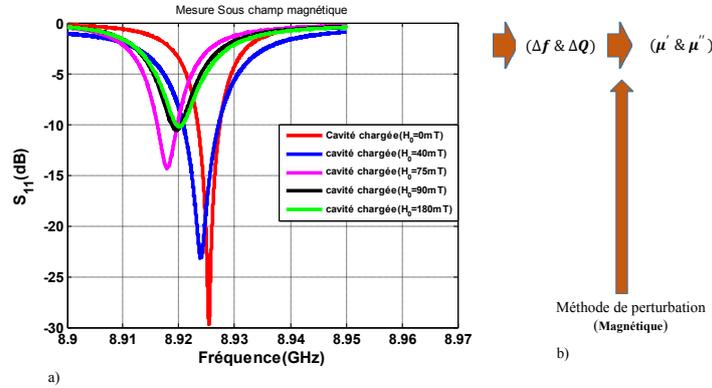


FIGURE 3.28 – (a) Paramètre de réflexion en fonction de la fréquence pour quelques valeurs de champs appliqués (b) Méthode de perturbation

de l'approche proposée reliant la perméabilité effective d'un matériau bicouche avec la variation de fréquence de résonance, le facteur de qualité, les dimensions de la cavité et de l'échantillon. ces paramètres sont donnés par les expressions suivantes :

$$\mu' = 1 + \frac{\Delta f V_c}{2f_0 V_e} \quad (3.8)$$

$$\mu'' = \frac{1}{4} \left(\frac{1}{Q_1} - \frac{1}{Q_0} \right) \frac{V_c}{V_e} \quad (3.9)$$

Les résultats de mesure de la perméabilité complexe extraite à partir des deux échantillons sont présentés à la figure 3.29.

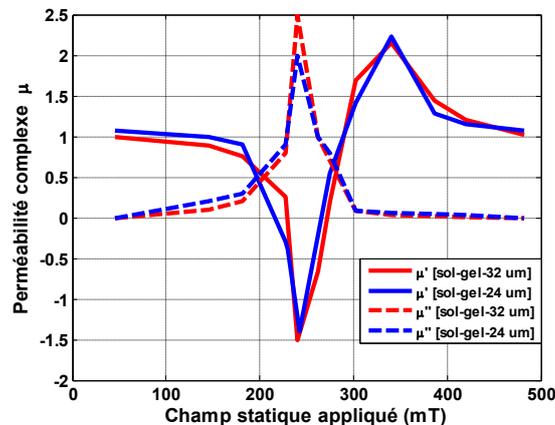


FIGURE 3.29 – Variation de la perméabilité complexe en fonction du champ appliqué, pour un sol-gel dopé de même concentration et d'épaisseurs différentes

La variation de la perméabilité est observée en fonction de champ d'excitation extérieur (figure 3.29). On note que les parties réelles de la perméabilité de deux échantillons (24

μm et $32 \mu\text{m}$ de sol-gel) varient entre -1,4 à 2.3 avec le champ d'excitation extérieur H_0 . Nous constatons que la résonance gyromagnétique se trouve toujours à un champ de polarisation magnétique autour de $H_0=240 \text{ mT}$.

Cette étude nous confirme que quelque soit l'épaisseur de la couche de sol-gel dopée déposée sur le substrat, la zone de résonance gyromagnétique ne change pas. Ceci s'explique en fait par les nanoparticules magnétiques dans les solutions dopées sont de même nature et en même concentration.

Nous pouvons donc conclure que les épaisseurs déposées sont suffisantes pour pouvoir extraire des caractéristiques indépendantes de l'épaisseur.

Après avoir fait cette étude, nous allons faire la seconde étude avec variation des concentrations volumique des sol-gels dopés en ferrofluide.

3.3.6 Etude sur les sol-gels dopés de concentrations volumiques différentes

Nous avons réalisé trois échantillons en faisant varier la concentration volumique du ferrofluide magnétique par rapport à la matrice de silice pour obtenir trois sol-gels dopés. Ensuite, nous avons fait le trempage/retrait de trois substrats sur les différentes solutions dopées. La procédure de mesure des propriétés électromagnétiques complexes de sol-gel est la même que précédemment.

3.3.6.1 Mesure diélectrique

Nous avons mesuré trois échantillons de concentrations volumiques différentes entre le mélange ferrofluide magnétique et la matrice de silice dans la préparation. Quand on introduit un échantillon dans la cavité, la fréquence de résonance change comme précédemment. Cette variation nous permet également d'extraire les valeurs effectives de permittivités des échantillons à l'aide de la méthode de perturbation. Les permittivités relatives complexes de ces sol-gels sont présentées dans le tableau 3.5.

Echantillons	ϵ'	ϵ''	$\tan(\delta)$
9,2 μm (13%)	4.2467	0.3447	0.0812
3,7 μm (18%)	4.3683	0.3444	0.0788
2 μm (23%)	4.1692	0.0730	0.0175

TABLE 3.5 – Permittivité de sol-gel dopée de trois échantillons de concentrations volumiques différentes (épaisseur en μm)

Nous constatons clairement que les valeurs extraites des permittivités pour les trois concentrations sont identiques. Ceci nous permet de conclure que la variation de concentration n'a que peu d'influence sur la propriété diélectrique. Nous avons fait un récapitula-

tif sur les valeurs de permittivités complexes de tous les échantillons réalisés d'épaisseurs différentes de sol-gel dopée figure 3.30.

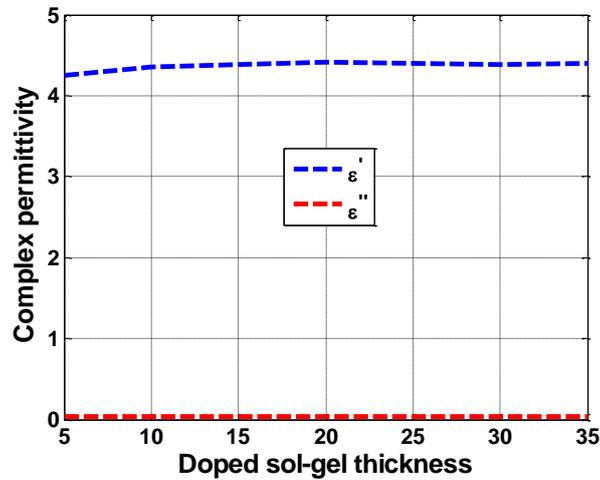


FIGURE 3.30 – Récapitulatif sur la permittivité complexe de couches de sol-gels de concentration 8,8%

3.3.6.2 Mesure magnétique

Nous avons également mesuré les trois échantillons de concentrations volumiques différentes pour déterminer les propriétés magnétiques. Les résultats de mesure de la perméabilité complexe μ' et μ'' sur ces échantillons sont représentés respectivement sur les figures 3.31 a) et 3.31 b).

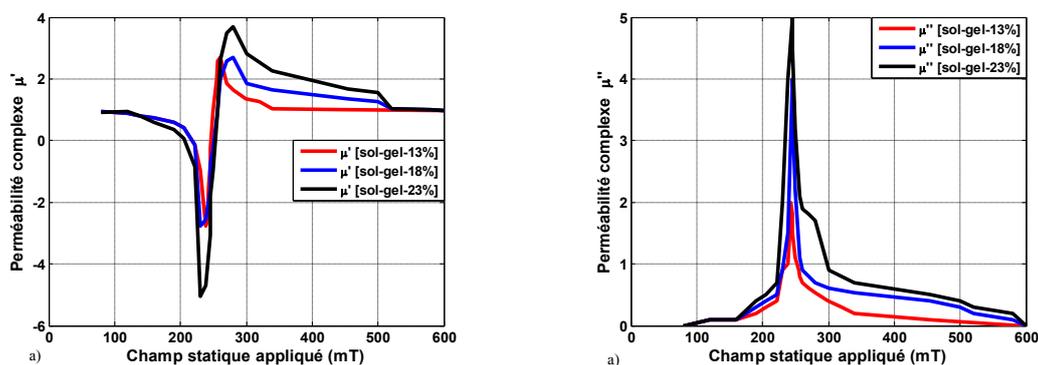


FIGURE 3.31 – Variation de la perméabilité complexe en fonction de champ appliqué pour des sol-gel dopés (a) μ' , (b) μ''

On observe clairement que la perméabilité varie avec le champ magnétique appliqué (fig 3.31). On note sur ces trois échantillons dopés à 13%, à 18%, et à 23%, que la perméabilité varie de la même façon mais il y a évolution du pic avec l'augmentation de la concentration (confère fig 3.31 a)). Ceci est dû à la quantité de nanoparticules magnétiques

dans le mélange sol-gel n'est pas identique pour les trois cas mais la zone de résonance gyromagnétique reste la même. Cette zone se trouve autour de 240 mT figures 3.31 a) et 3.31 b). On note également que plus la concentration est grande plus l'absorption du signal est forte (figure 3.31 b)). Nous observons toujours la même résonance gyromagnétique dans les trois cas (à 240mT) mais il y a élargissement de pic de la variation de la perméabilité pour le dernier cas (23%). Cet élargissement est dû à la quantité de particules dans le sol-gel est plus grande que celle dans les deux cas précédents, ce qui tend à augmenter les pertes magnétiques.

Nous pouvons conclure sur cette étude que la résonance gyromagnétique est la même quelque soit la concentration volumique. C'est-à-dire pour une même nature de matrice (silice pour notre cas) et même nature de ferrofluide (maghémite pour notre cas) les nanoparticules qui interagissent avec l'onde électromagnétique sont les mêmes quelque soit la concentration volumique des solutions.

3.3.7 Précision de mesure en cavité

Toutes les relations analytiques doivent être évaluées avant de les appliquer dans les activités expérimentales. Une telle précision est influencée par des incertitudes associées à la mesure de différents paramètres qui interviennent dans les relations en question.

3.3.7.1 Incertitude de mesure

La technique de mesure en cavité résonante est extrêmement précise. Cependant elle présente des incertitudes dues aux erreurs de mesure de déplacement de la fréquence de résonance (Δf) et du rapport de volume (V_c/V_e) [125]. Elles sont aussi dues aux incertitudes liées aux hypothèses simplificatrices de la méthode des perturbations (équation de base) et au positionnement de l'échantillon dans la cavité [126]. Il existe d'autres sources d'erreurs qui sont associées au dispositif de mesure du coefficient de réflexion déjà décrit précédemment.

3.3.7.2 Analyse d'incertitude

Les paramètres mesurés contribuant au calcul des propriétés électromagnétiques sont : les épaisseurs, la fréquence de mesure, le volume de la cavité et la surface de l'échantillon. Les incertitudes sur la fréquence de résonance dépendent de la capacité de l'analyseur de réseau à mesurer les petits changements (Δf) en particulier dans le cas de couches très minces où ces changements sont très faibles. On peut négliger les effets éventuels de l'incertitude dans la mesure de la fréquence de résonance. Pour réduire au maximum les incertitudes sur les mesures de fréquences, une résolution de fréquence de 200 KHz dans la bande de 7 à 10 GHz a été choisie. Nous cherchons ici à quantifier l'incertitude associée

au calcul de la constante diélectrique ε'_{r2} . Nous rappelons que la constante diélectrique effective de l'échantillon bicouche peut s'écrire :

$$\varepsilon'_{eff} = 1 + \frac{f_0 - f_1}{2f_0} \frac{V_c}{S_1(d_1 + d_2)} \quad (3.10)$$

A partir de l'équation (3.1), ε'_{r1} est fonction de V_c , S_1 , $f_0 - f_1/f_0$ que l'on peut l'écrire comme suit :

$$\varepsilon'_{r2} = f \left(d_1, d_2, V_c, S, S_1, \frac{f_0 - f_e}{f_0}, \frac{f_0 - f_1}{f_0} \right) \quad (3.11)$$

En considérant les autres incertitudes qui sont dues au volume de la cavité et de la surface de l'échantillon sont négligeable, les erreurs liées à la mesure de l'épaisseur dominant alors l'incertitude totale dans le calcul de ε'_{r2} . Dans ce cas, on peut deduire :

$$\varepsilon'_{r2} = \left(1 + \frac{d_1}{d_2} \right) \varepsilon_{eff}(d_1, d_2) - \frac{d_1}{d_2} \varepsilon'_{r1}(d_1) \quad (3.12)$$

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 relative du matériau. La contribution maximale des incertitudes, associée à la mesure des épaisseurs sur la permittivité ε'_{r2} peut être exprimée par :

$$\Delta \varepsilon'_{r2} = \left| 1 - \varepsilon'_{r2} \right| \frac{\Delta(d_2)}{d_2} \quad (3.13)$$

où $\Delta(d_2)/d_2$ est l'incertitude relative sur la mesure de l'épaisseur d_2 .

De même, la contribution des incertitudes sur les pertes diélectriques ε''_{r2} est :

$$\Delta \varepsilon''_{r2} = \left| 1 - \varepsilon''_{r2} \right| \frac{\Delta(d_2)}{d_2} \quad (3.14)$$

Finalement, après les relations (3.13 et 3.14), nous pouvons dire que la sensibilité de mesure de propriétés électromagnétiques d'une couche est principalement dépendante de la mesure de l'épaisseur de la couche. Dans la présente étude, l'épaisseur est mesurée à l'aide d'un profilomètre à contact avec une incertitude $< 10\%$.

Comme nous l'avons vu précédemment, le calcul des incertitudes dépend des expressions de permittivité et perméabilité effectives mesurées selon la technique de la cavité résonante.

3.4 Etude expérimentale sur la cellule CPW de caractérisation

Cette partie concerne les résultats expérimentaux sur la cellule de caractérisation large bande développée dans cette thèse. La conception (simulation) de cette cellule a été présentée au chapitre précédent.

3.4.1 Dépôt de sol-gel sur les lignes

Nous rappelons que des différentes structures de caractérisation électromagnétique ont été étudiées au chapitre précédent. Nous avons placé le matériau magnétique dans les fentes de la cellule coplanaire pour déterminer la permittivité du matériau. Ensuite, nous avons placé ce matériau sur le conducteur central de la cellule pour déterminer cette fois-ci la perméabilité du matériau. Pour des raisons technologiques, nous avons également placé le matériau partout sur la surface de la cellule. Ce dernier emplacement ne permet pas de dissocier les deux propriétés du matériau. Le dépôt de composites sol-gel magnétiques uniquement dans les fentes ou sur le conducteur central de la cellule de mesure permettant de dissocier les deux propriétés électromagnétiques (permittivité et perméabilité) n'est pas encore maîtrisé par le laboratoire. Nous avons donc déposé le sol-gel magnétique partout sur la cellule en masquant les accès pour la mesure sous pointes.

3.4.2 Réalisation de la cellule de mesure

La cellule a été réalisée par le procédé de dépôt de cuivre sur alumine et selon les étapes de photolithographies décrites précédemment. Ensuite, nous avons fait le dépôt des composites à bases de nanoparticules magnétiques (sol-gel) sur cette dernière par la méthode de trempage retrait détaillée à la première partie de ce chapitre.

Nous avons fait une insolation UV sur la zone où le dépôt de sol-gel est souhaité (figure 3.32 c)). cette étape d'insolation dure 4 heures. Elle permet de photopolymériser les composites magnétiques (sol-gel) avant la révélation.

Après insolation, nous allons faire une gravure chimique (à l'éthanol) pour éliminer le sol-gel qui n'était pas photopolymérisé.

La figure 3.32 montre les photographies des cellules à vide, après dépôt pleine plaque de sol-gel magnétique puis plaque révélée après insolation.

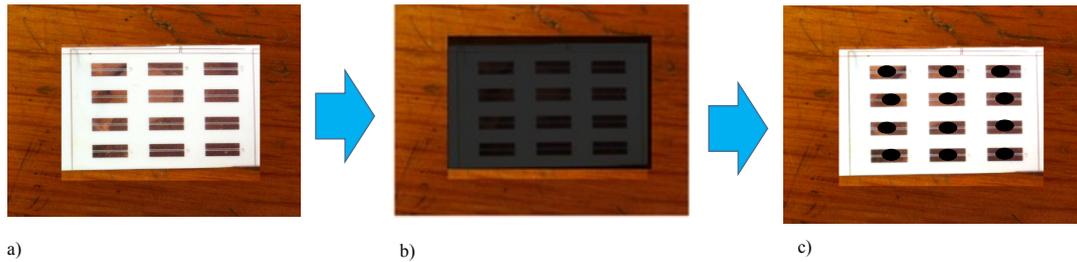


FIGURE 3.32 – Cellule de mesure : a) cellule à vide, b) dépôt de sol-gel pleine plaque, c) Cellule finale

3.4.3 Résultats de mesure sur la cellule

Nous avons d'abord mesuré la cellule à vide, en charge puis en charge et aimantée. La mesure à vide nous a permis de déterminer l'état de notre cellule initiale. Et la mesure en charge c'est-à-dire avec des composites à base de nanoparticules sur cette dernière permet de vérifier l'effet magnétique.

Ensuite, la mesure sous excitation magnétique permet d'étudier l'influence fréquentielle du composite sol-gel magnétique.

La mesure de paramètre de réflexion pour les trois cas est présentée à la figure 3.33.

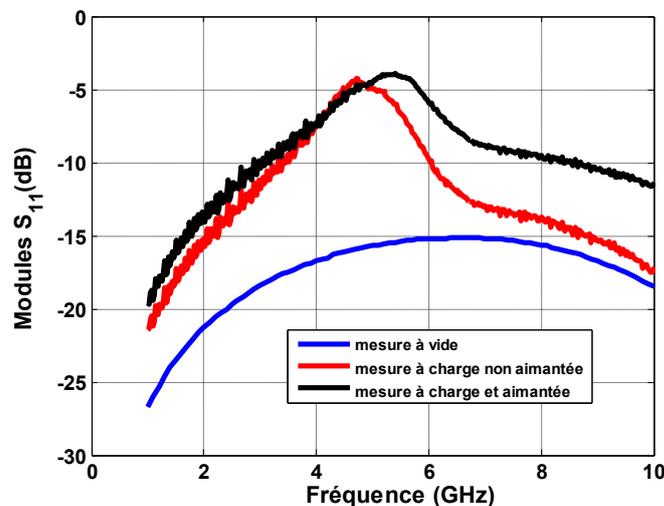


FIGURE 3.33 – Mesure des paramètres de réflexion en fonction de la fréquence de la cellule, $H_0=200 \text{ mT}$

On observe une augmentation de pertes sur la structure quand on rajoute le sol-gel magnétique (figure 3.33).

La figure 3.34 montre les résultats de mesure des paramètres de transmission de la cellule de mesure.

On note qu'il y a apparition d'une résonance à cause du rajout du composite magnétique. L'excitation magnétique extérieure modifie ensuite la fréquence de résonance de la cellule chargée.

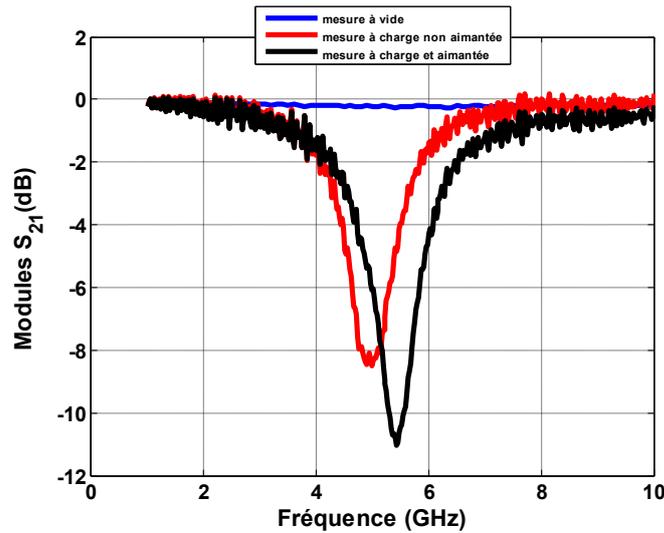


FIGURE 3.34 – *Mesure des paramètres de transmission en fonction de la fréquence de la cellule, $H_0=200$ mT*

Les résultats de mesure des phases de la réflexion de la cellule sont présentés à la figure 3.35. La phase présente une variation de -180° à $+180^\circ$ à la résonance pour le cas cellule chargée (figure 3.35). On distingue bien la variation en fréquence en fonction de l'aimantation appliquée.

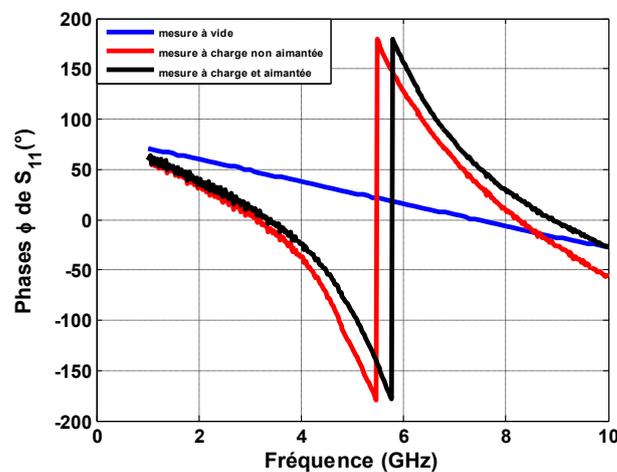


FIGURE 3.35 – *Mesure des phases de réflexion en fonction de la fréquence de la cellule, $H_0=200$ mT*

La figure 3.36 montre les mesures de phase des paramètres de transmission S_{21} en fonction de la fréquence pour les trois cas.

On note qu'à vide, la phase varie de -10° à -130° de façon quasi-linéaire. Le cas chargé suit aussi cette allure mais il y a présence de résonance magnétique comme précédemment. Etant donné que la cellule choisie est une ligne, nous avons extrait la constante de propagation complexe (figure 3.37) pour les trois cas. Nous avons tracé la constante

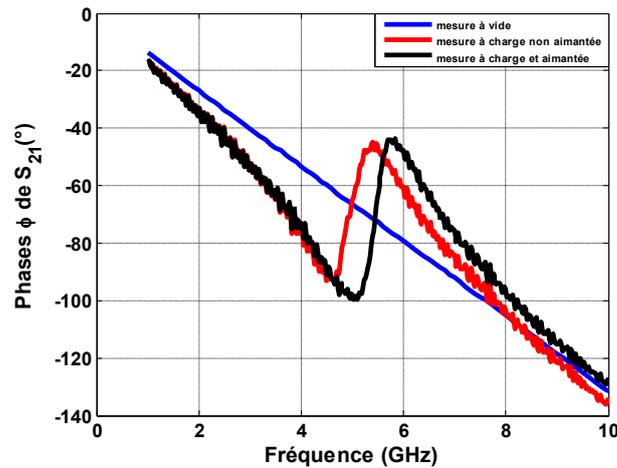


FIGURE 3.36 – Mesure de phases de transmission en fonction de la fréquence de la cellule, $H_0=200 \text{ mT}$

d'atténuation (figure 3.37 a)). A vide la cellule est bien adaptée et les pertes sont faibles ; quand on rajoute le composite sol-gel magnétique, les pertes sont fortes. La constante de phase varie de 50 à 500 dans les trois cas de la cellule (figure 3.37 b)) au voisinage de la résonance.

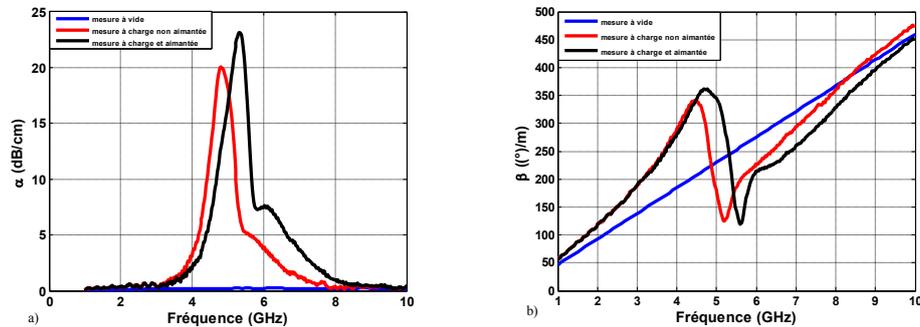


FIGURE 3.37 – Mesure de la constante de propagation complexe de la cellule : a) constante d'atténuation ; b) constante de phase

Cette constante de phase présente des variations brutales et un changement de pente dans les zones de résonance.

L'information de l'indice de réfraction peut être obtenue à partir de la constante de propagation par :

$$n = \frac{\gamma c}{j\omega} \quad (3.15)$$

Avec c la célérité du vide.

L'impédance normalisée du système est exprimée simplement à partir de la matrice chaîne sous la forme :

$$Z = \pm \sqrt{\frac{B}{C}} \quad (3.16)$$

Avec B,C extraits à partir des paramètres S_{ij} par l'équation (1.34) (voir chapitre 1). Enfin, il est possible d'exprimer les paramètres effectifs du milieu de propagation par les équations (3.17) et (3.18) [77].

$$\varepsilon_{eff} = \frac{n}{Z} \quad (3.17)$$

$$\mu_{eff} = nZ \quad (3.18)$$

La figure 3.38 présente les résultats de mesure de paramètres effectifs de la cellule à vide et chargée (ε_{eff} et μ_{eff}) pour le cas d'étude sans champ magnétique appliqué.

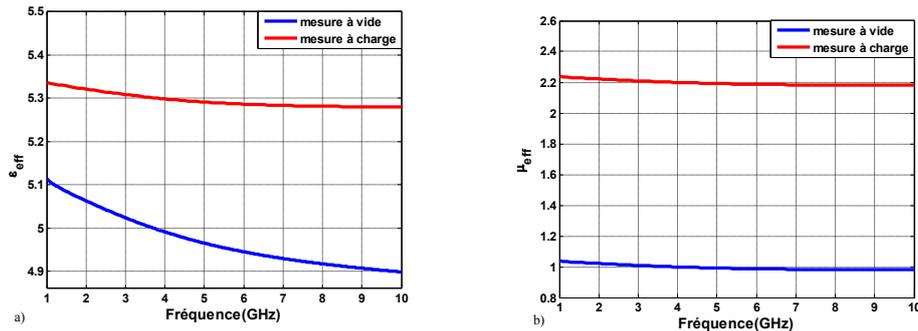


FIGURE 3.38 – Mesure de paramètres effectifs de la cellule : a) ε_{eff} ; b) μ_{eff}

On observe que ε_{eff} augmente quand la cellule est chargée par le sol-gel magnétique et reste quasi-constante dans toute la bande de fréquence (figure 3.38a). Ceci s'explique par le fait qu'on a rajouté de particules sur la cellule, on modifie la capacité du modèle (augmente) ce qui entraîne que ε_{eff} n'est plus celui pour le cas à vide. Néanmoins la variation sur cette permittivité est relativement faible par rapport à la cellule à vide. La perméabilité μ_{eff} est égale à 1 dans le cas de cellule à vide et elle augmente quand on rajoute de nanoparticules de Sol-gel magnétique sur la cellule (figure 3.38b). Nous allons ensuite appliquer un champ magnétique statique sur la cellule chargée et vérifier encore le comportement électromagnétique des paramètres effectifs ε_{eff} et μ_{eff} . La figure 3.39 présente les résultats de mesure de ε_{eff} en fonction de la fréquence quand on a appliqué un champ magnétique statique H_0 d'environ 200 mT.

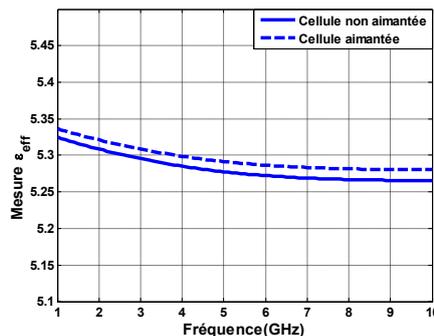


FIGURE 3.39 – Mesure de la permittivité effective en fonction de la fréquence

On constate que le champ magnétique appliqué H_0 ne modifie pas la valeur de ε_{eff} . Mais quand à μ_{eff} , il apparait une résonance due au champ magnétique appliqué $H_0 = 200mT$ (figure 3.40 courbe en bleu). Nous traçons sur la même graphe la perméabilité théorique obtenue à partir du modèle de Polder figure 3.40 (Courbe en rouge). Nous observons la fréquence de résonance gyromagnétique autour de 4,8 GHz dans les deux cas (mesure et théorie).

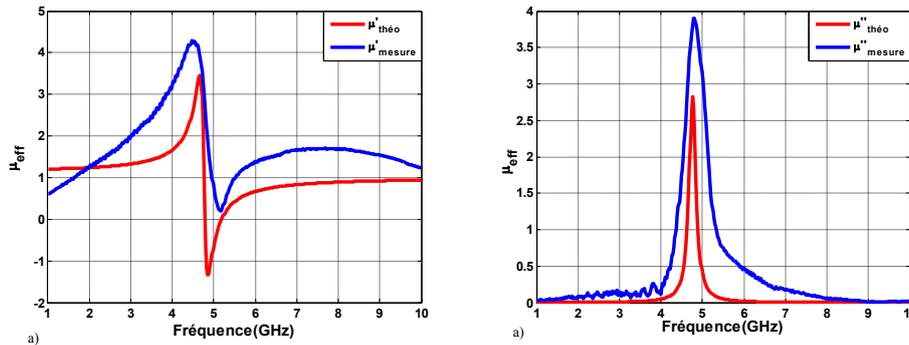


FIGURE 3.40 – Comparaison mesure et théorie de la perméabilité effective en fonction de fréquence : a) μ'_{eff} ; b) μ''_{eff} ; $H_0 = 200mT$

Comme nous l'avons déjà mentionné, le dépôt de nanoparticules magnétiques partout sur la cellule ne permet pas de dissocier facilement les deux propriétés électromagnétiques de ces derniers. Cependant, les résultats expérimentaux sur cette cellule de caractérisation électromagnétique nous ont permis de vérifier les effets magnétiques sans et avec composites Sol-gel à bases de nanoparticules de maghémite. On note ainsi que l'on retrouve le caractère gyromagnétique du composite sol-gel à travers les propriétés effectives de la ligne. On notera en particulier que dans la zone de fréquence située après la fréquence de résonance (autour de 7 GHz) la perméabilité effective remonte vers la valeur 2. Ceci rejoint les observations réalisées sur la cellule non aimantée (figure 3.38b)) où μ_{eff} décroît à partir d'une valeur située à environ 2,2; la fréquence de résonance à très faible aimantation étant rejetée à très basse fréquence.

Conclusion

Nous avons présenté toutes les démarches technologiques adoptées pour la réalisation et la mesure des composants étudiés dans cette thèse. Ces techniques sont : la technique de dépôt de couche mince de cuivre, les étapes photolithographiques, la gravure et les techniques de mesures sous pointes.

Dans la deuxième section, nous avons décrit les techniques de préparation et de dépôt de sol-gels dans la réalisation des échantillons réalisés.

Dans la troisième partie, nous avons présenté de résultats expérimentaux sur la caractérisation électromagnétique en cavité résonante. Ainsi nous avons fait deux études différentes. La première consistait à mesurer la permittivité et perméabilité complexes de deux échantillons d'épaisseurs différentes et de même concentration volumique de sol-gel. La seconde étude consistait à mesurer trois échantillons des concentrations volumiques différentes de sol-gel dans la réalisation. Une simple relation de proportionnalité a été utilisée pour déterminer ces paramètres de couches de sol-gel magnétique de concentrations et d'épaisseurs différentes. Les premières séries de mesures expérimentales sur les échantillons ont permis de montrer que la permittivité et la perméabilité complexes du mélange sol-gel magnétique d'épaisseurs différentes sont identiques. Les deuxièmes séries de mesures expérimentales ont été faites sur trois échantillons de concentrations volumiques de composites sol-gels magnétiques différentes. Les mesures diélectriques ont montré que les valeurs des permittivités complexes sur ces échantillons sont proches les unes des autres quelque soient leurs concentrations volumiques en particules magnétiques. Quant aux mesures magnétiques, la zone de résonance gyromagnétique est la même mais il y a évolution du pic avec l'augmentation de la concentration. Ceci s'explique par la forte absorption de l'onde électromagnétique quand le volume de ferrofluide magnétique est grand dans la matrice sol-gel. L'inconvénient de la mesure en cavité est sa bande étroite, il faudrait donc multiplier les cavités de dimensions différentes pour une caractérisation plus étendue.

La dernière partie a été consacrée aux résultats expérimentaux sur la cellule coplanaire de caractérisation. Les mesures à vide de la cellule coplanaire et celles en déposant de nanoparticules magnétiques sur cette dernière ont montré l'effet magnétique. Pour des raisons technologiques, le dépôt de particules partout sur la cellule ne permet pas de dissocier les deux propriétés électromagnétiques (permittivité et perméabilité) des nanoparticules magnétiques. Les mesures réalisées ont montré les effets dispersifs des résonances magnétiques sur les propriétés électromagnétiques effectives de la ligne. Même si nous ne remontons pas encore jusqu'aux propriétés des matériaux, ces extractions permettent déjà de dégager des informations utiles pour le design d'éléments coplanaires agiles qui pourront être testés dans le futur sur des nouvelles structures méta-lignes. En effet, le dimensionnement des éléments de circuit dépendra directement des propriétés effectives de la ligne chargée.

Conclusion générale

CE travail a été réalisé au Laboratoire Hubert Curien de l'Université Jean Monnet de Saint-etienne, précisément en son axe composants passifs. Notre étude concerne un résonateur d'ordre zéro composite main droite/gauche (Composite Right/Left Handed : CRLH) et une ligne de transmission composite main droite/gauche (Composite Right/Left Handed : CRLH). Ces dispositifs ont été réalisés en configuration coplanaire en raison de la simplicité sur la fabrication. Ils ont été rendus agiles en fréquences en rajoutant des composites à bases de nanoparticules magnétiques. Le travail que nous venons de présenter a été séparé en trois chapitres.

L'objectif du premier chapitre était de démontrer la faisabilité de rajouter une fonction d'agilité dans ces dispositifs hyperfréquences en utilisant des composites à base de nanoparticules magnétiques. Ainsi, nous avons tout d'abord présenté les éléments de théorie sur les méta-matériaux et sur les méta-lignes. Nous avons aussi introduit quelques applications développées dans ce domaine. Ensuite, nous avons présenté les différentes approches pour la réalisation de dispositifs agiles en fréquences existants dans la littérature, puis ceux qui ont été réalisés par un rajout de composites à base de nanoparticules magnétiques développés au cours de cette thèse.

L'objectif du deuxième chapitre était la caractérisation électromagnétique des composites à bases de nanoparticules magnétiques qui ont été utilisés pour réaliser des dispositifs agiles en fréquences présentés au chapitre 1. Ainsi, nous avons présenté les principales méthodes de caractérisation électromagnétique existantes en énumérant leurs principes, leurs avantages et inconvénients. Nous avons présenté la méthode choisie parmi ces dernières pour caractériser ces composites sol-gels magnétiques dans une bande étroite. Ensuite, nous avons développé en simulation 3D une cellule de caractérisation électromagnétique pour les composites à base de nanoparticules magnétiques dans une large bande en fréquence, afin de mieux comprendre et tenter de séparer les effets diélectriques et magnétiques observés sur les lignes.

Le dernier chapitre est consacré aux résultats expérimentaux obtenus par les méthodes de caractérisations électromagnétiques présentées au chapitre 2. Ainsi, nous avons commencé par la description des démarches technologiques adoptées dans ce travail. Ensuite, nous avons présenté une description sur les composites et les nanoparticules magnétiques puis une définition du magnétisme en général et les principales propriétés de matériaux

magnétiques. Nous avons décrit le dépôt sol-gel, son principe ses avantages, ses inconvénients et les principales méthodes de dépôt par voie sol-gel. Nous avons alors réalisé différents prototypes utilisés ensuite en caractérisation. Enfin des résultats expérimentaux avec leurs méthodes de caractérisation électromagnétiques sont présentés.

En effet, nous avons déterminé les propriétés électromagnétiques (ε et μ) de sol-gel magnétique à l'aide de la cavité dans une bande étroite de 9 GHz. Ensuite, nous avons également mesuré ces propriétés effectives à l'aide de la cellule coplanaire dans une large bande de 1 à 10 GHz.

Ce travail nous a permis d'extraire complètement les propriétés du matériau et de faire la «jonction» avec les mesures en cavité. Toutefois, ces premiers résultats pourront être mis à profit pour dimensionner des éléments coplanaires (stub par exemple) chargés par du sol-gel magnétique qui seront utilisables pour de nouvelles structures de types méta-lignes.

L'objectif de ce travail était de tenter d'ouvrir une nouvelle voie dite «magnétique» qui permettrait d'envisager la réalisation de dispositifs agiles en fréquence ne présentant pas de pertes rédhibitoires comme cela est souvent le cas avec des matériaux magnétiques.

Les résultats de mesures obtenus pour le résonateur et la méta-ligne ont montré les propriétés d'agilité en fréquence apportées par quelques gouttes de matériau magnétique. Les pertes d'insertions restent relativement faibles. Le facteur de qualité est amélioré. On note que l'obtention de l'agilité en fréquence par rajout des nanoparticules magnétiques sur le résonateur et la méta-ligne coplanaire à méta-matériaux permet à notre équipe de recherche de présenter pour la première fois des résultats expérimentaux de cette approche. Pour avancer dans cette voie, il faut ensuite connaître l'impact des propriétés des sol-gel magnétiques employés sur les éléments de circuits employés pour réaliser les fonctions agiles souhaitées. Nous avons donc caractérisé les propriétés électromagnétiques et observé leur variation en fonction du champ extérieur appliqué.

En conclusion de ce travail de thèse, nous avons montré qu'il est aujourd'hui possible de réaliser des dispositifs hyperfréquences accordables par la combinaison des structures CRLH et des composites à bases de nanoparticules magnétiques. Nous avons posé les bases par certaines caractérisations électromagnétiques de ces composites et montré que les propriétés attendues étaient là et que l'agilité est possible.

Pour poursuivre ce travail, il faudra donc ensuite proposer de nouveau design en tenant compte à la conception de l'ensemble des observations menées et des propriétés prévisibles de nos sol-gels. Nous avons testé ensuite les propriétés obtenues et analyser si les connaissances des propriétés électromagnétiques sont suffisantes en l'état ou si des études plus approfondies sont nécessaires.

Enfin, il faudra lever le verrou de l'excitation magnétique extérieure et trouver des solutions «intégrables» pour réaliser la commande de l'agilité.

Annexe

1) Définition de paramètres S

Les paramètres S sont appelés paramètres de dispersion (scattering parameters). Ils peuvent être déterminés en utilisant des techniques analytiques d'analyses des réseaux ou mesurés avec un analyseur de réseau vectoriel sur les circuits dans les conditions de fonctionnement correspondant à leur utilisation normale. On modélise un dispositif hyperfréquence par un ensemble de ports. Chaque port correspond à un plan de référence. Le terme 'port' a été introduit par Wheeler dans les années 1950 [127]. Les paramètres S relient les ondes incidentes avec les ondes réfléchies par les ports du dispositif. Ainsi, un dispositif hyperfréquence est décrit complètement au niveau de ses ports. Après avoir déterminé ces paramètres S, ils peuvent être mis sous forme matricielle. Exemple : Un dispositif hyperfréquence à N ports :

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ \vdots \\ b_N \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & \cdots & S_{1N} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ S_{N1} & \cdots & S_{NN} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ \vdots \\ a_N \end{pmatrix} \quad (3.19)$$

Un élément spécifique de la matrice peut être calculé par :

$$S_{ij} = \left. \frac{b_i}{a_i} \right|_{a_k} \quad k \neq j \quad (3.20)$$

L'élément S_{ij} est déterminé en introduisant une onde incidente a_j^+ sur le port « j » et en mesurant l'onde transmise b_i^- sur le port « i ». Toutes les autres ondes incidentes sont égales à zéro, et tous les ports doivent être terminés avec une charge adaptée pour éviter les réflexions.

S_{ij} : représente le coefficient de transmission entre le port « i » et le port « j » lorsque tous les autres ports sont adaptés.

S_{ii} : représente le coefficient de réflexion mesuré sur le port « i » lorsque les autres ports sont adaptés. Les paramètres a_i et b_i représentent les tensions complexes normalisées incidente et réfléchie. Elles peuvent être exprimées en fonction de tensions et intensités

mesurées sur le $i^{\text{ème}}$ port, par les relations suivantes :

$$a_i = \frac{V_i + Z_i I_i}{2\sqrt{|R(Z_i)|}} \quad (3.21)$$

$$b_i = \frac{V_i * Z_i I_i}{2\sqrt{|R(Z_i)|}} \quad (3.22)$$

Où l'exposant * représente le complexe conjugué. Z_i correspond à une impédance de référence choisie de façon arbitraire. Généralement, on admet que l'impédance de référence est la même pour tous les ports du réseau par exemple l'impédance caractéristique de la ligne notée Z_C est toujours positive et réelle dans ce cas on utilise les relations :

$$a_i = \frac{V_i + Z_c I_i}{2\sqrt{|R(Z_c)|}} \quad (3.23)$$

$$b_i = \frac{V_i - Z_c I_i}{2\sqrt{|R(Z_c)|}} \quad (3.24)$$

2) Paramètres S d'un quadripôle et leur signification physique

Ils existent quatre paramètres S en général (S_{11} , S_{21} , S_{22} et S_{12}) pour un dispositif à ports. La méthode de quadripôle est utilisée pour la détermination de ces paramètres figure 3.41.

a_1 et b_1 désignent respectivement ondes transmises et réfléchies sur le port1

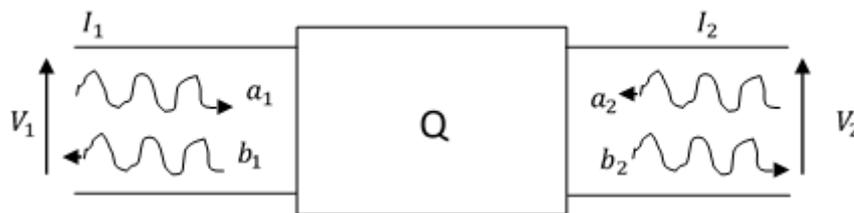


FIGURE 3.41 – Quadripôle

a_2 et b_2 désignent respectivement ondes transmises et réfléchies sur le port2

I_1 et I_2 désignent respectivement les courants sur le port1 et port2

V_1 et V_2 désignent respectivement les tensions sur le port1 et port2.

La mesure expérimentale des paramètres d'un quadripôle linéaire (figure 3.41) tels que l'impédance (Z) ou l'admittance (Y) est possible en circuit ouvert (impédance) ou en court-circuit (admittance). Mais au-dessus de 100 MHz, il devient difficile de les réaliser et de mesurer des courants ou des tensions. Cela qui conduit à l'utilisation des paramètres S qui permettent des mesures plus faciles en considérant non plus des courants et des tensions mais des ondes transmises et réfléchies. En appliquant la théorie de circuits à

deux ports sur la figure 3.41, il en découle les relations linéaires suivantes entre a et b :

$$\begin{cases} b_1 = S_{11}a_1 + S_{12}a_2 \\ b_2 = S_{21}a_1 + S_{22}a_2 \end{cases} \quad (3.25)$$

La figure 3.42 montre le graphe de fluence des paramètres S. Le graphe est une représentation graphique d'un système d'équations linéaire. Il est l'équivalent du quadripôle et consiste à représenter les variables comme des signaux qui « voyagent » le long du graphe. Ce graphe est un réseau de branches dirigées, réunies en des points (ou nœuds) [128]. Le

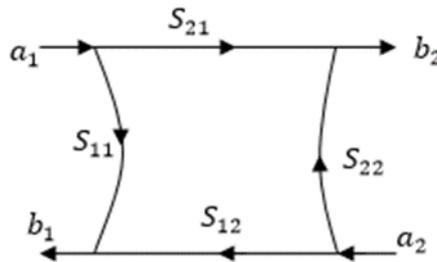


FIGURE 3.42 – Graphe de fluence

système d'équation (2.39) des ondes réfléchies en fonction des ondes incidentes peut se mettre sous la forme matricielle suivante [128] :

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = [S] \cdot \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \quad (3.26)$$

où S est la matrice de dispersion donnée par :

$$S = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \quad (3.27)$$

Le coefficient de réflexion à l'entrée du port 1 (la sortie 2 est adaptée) :

$$S_{11} = \left. \frac{b_1}{a_1} \right|_{a_2 = 0} \quad (3.28)$$

Le coefficient de transmission directe (la sortie 2 est adaptée) :

$$S_{21} = \left. \frac{b_2}{a_1} \right|_{a_2 = 0} \quad (3.29)$$

Le coefficient de réflexion sur le port 2 (la sortie 1 est adaptée) :

$$S_{22} = \left. \frac{b_2}{a_2} \right|_{a_1 = 0} \quad (3.30)$$

Le coefficient de transmission inverse (la sortie 1 est adaptée) :

$$S_{12} = \frac{b_1}{a_2} \Big|_{a_1 = 0} \quad (3.31)$$

3) La matrice chaîne

Pour les problèmes où l'on a plusieurs quadripôles mis en cascade (figure 3.43), il est plus intéressant d'exprimer (V_1, I_1) en fonction de (V_2, I_2) tels que :

La matrice chaîne de plusieurs quadripôles mis en cascade est le produit de chaque qua-

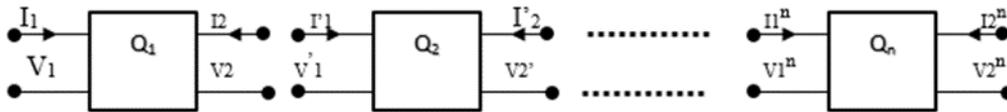


FIGURE 3.43 – N quadripôles en cascade

dripôle.

$$\begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A_1 & B_1 \\ C_1 & D_1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_2 & B_2 \\ C_2 & D_2 \end{pmatrix} \dots \dots \dots \begin{pmatrix} A_n & B_n \\ C_n & D_n \end{pmatrix} \quad (3.32)$$

4) Détermination de paramètres ABCD

Les matrices ABCD d'une impédance Z , d'une admittance Y , d'un circuit en T et d'un circuit en π peuvent être calculées en utilisant des lois de Kirchhoff qui nous permettent d'obtenir les paramètres A, B, C et D. La Figure 3.44 (a) montre le circuit à impédance Z et à admittance Y 3.44 (b). Les lois de Kirchhoff d'une impédance Z figure 3.44 (a) mise

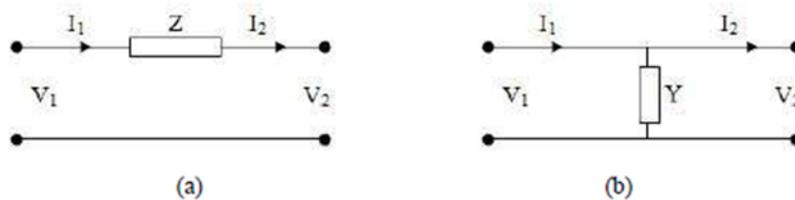


FIGURE 3.44 – Présentations des éléments série (a) et parallèle (b)

sous forme matricielle donnent :

$$\begin{pmatrix} V_1 \\ I_1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & Z \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} V_2 \\ I_2 \end{pmatrix} \quad (3.33)$$

Avec $A=1$, $B=Z$, $C=0$ et $D=1$.

De même, les lois de Kirchhoff d'une admittance Y figure 3.44 (b) mise sous forme matricielle donnent :

$$\begin{pmatrix} V_1 \\ I_1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ Y & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} V_2 \\ I_2 \end{pmatrix} \quad (3.34)$$

Avec $A=1$, $B=0$, $C=Y$ et $D=1$. La matrice ABCD d'un quadripôle en T (figure 3.45) est déterminée par l'équation 2.49.

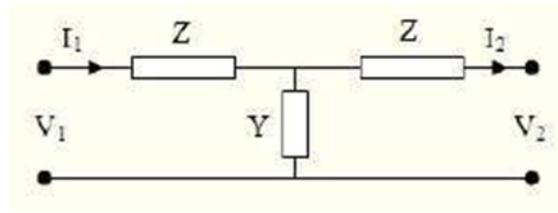


FIGURE 3.45 – Quadripôle en T

$$\begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & Z \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ Y & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & Z \\ 0 & 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 + ZY & Z(2 + ZY) \\ Y & 1 + ZY \end{pmatrix} \quad (3.35)$$

Où $A=1+ZY$, $B=Z(2+ZY)$, $C=Y$ et $D=1+ZY$.

La matrice ABCD d'un quadripôle en π (figure 3.46) est déterminée par l'équation 2.50.

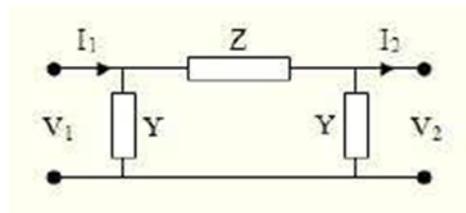


FIGURE 3.46 – Quadripôle en π

$$\begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ Y & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & Z \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ Y & 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 + ZY & Z \\ Y(2 + ZY) & 1 + ZY \end{pmatrix} \quad (3.36)$$

D'où $A=1+ZY$, $B=Z$, $C=Y(2+ZY)$ et $D=1+ZY$.

5) Détermination de paramètres S En appliquant les lois de Kirchhoff et d'Ohm sur le circuit d'impédance en série (figure 3.44 (a)) dans une ligne on a :

$$I_1 = -I_2 \text{ et } V_1 - ZI = V_2$$

D'après les équations des ondes incidentes et réfléchies (équations 2.39, 2.49) on a :

$$\begin{cases} b_1 = \frac{Z}{2+Z}a_1 + \frac{2}{2+Z}a_2 \\ b_2 = \frac{2}{2+Z}a_1 + \frac{Z}{2+Z}a_2 \end{cases} \quad (3.37)$$

Soit, sous forme matricielle :

$$\begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{Z}{2+Z} & \frac{2}{2+Z} \\ \frac{2}{2+Z} & \frac{Z}{2+Z} \end{pmatrix} \quad (3.38)$$

De même, en appliquant les lois de Kirchhoff et d'Ohm sur le circuit d'admittance parallèle (figure 3.44 (b)) dans une ligne on aura la forme matricielle suivante :

$$\begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\frac{Y}{2+Y} & \frac{2}{2+Y} \\ \frac{2}{2+Y} & -\frac{Y}{2+Y} \end{pmatrix} \quad (3.39)$$

En appliquant les définitions des paramètres S (équations 2.39, 2.40), la matrice S d'un tronçon de ligne peut être déterminée sous la forme :

$$\begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & e^{\gamma l} \\ e^{\gamma l} & 0 \end{pmatrix} \quad (3.40)$$

Avec l est la longueur physique du tronçon de ligne et γ est la constant de propagation.

Les coefficients A, B, C et D de la matrice ABCD peuvent être déterminés en fonctions des paramètres S et réciproquement [129].

Table des figures

1.1	Nombre des publications internationales annuelles sur le sujet de méta-matériaux [17]	13
1.2	Classement des matériaux en fonction du signe de ε et μ	14
1.3	Fils métalliques qui donnent une perméabilité ε négative [20]	15
1.4	Structure Swiss Roll qui donne une perméabilité μ négative [14]	16
1.5	Géométries planaires des cellules unitaires d'un SRR ; a) structure circulaire, b) structure carrée [20]	17
1.6	Géométries de SRR (a) et de CSRR (b) [23]	17
1.7	Système de vecteurs \vec{E} , \vec{H} , \vec{k} et \vec{S} pour une onde plane dans le milieu ordinaire (a) et dans le milieu main gauche (b)	19
1.8	Modèle d'un tronçon d'une ligne classique (main droite)	23
1.9	Modèle d'un tronçon d'une ligne main gauche	24
1.10	Modèle d'un tronçon avec pertes d'une ligne combinée	25
1.11	Les différents intervalles de propagation	26
1.12	Diagramme de dispersion-atténuation pour les trois types de propagation	27
1.13	Diagramme de dispersion-atténuation pour les trois types de propagation selon le niveau de pertes	27
1.14	Unité cellulaire utilisée pour la réalisation d'une ligne de transmission CRLH [27]	28
1.15	Vue de dessus du prototype de la ligne micro-ruban composite réalisée avec vingt-quatre cellules élémentaires [31]	28
1.16	Prototype pour avoir un comportement main gauche pour l'approche circuit résonant [33] : a) Cellule unitaire, b) Vue en coupe de trois cellules	29
1.17	Circuit équivalent d'une cellule unitaire	29
1.18	Exemple des cellules hybrides [34] : a) structure simple, b) structure complexe	30
1.19	Exemple d'un circuit équivalent d'une approche hybride	30
1.20	Prototypes de coupleurs. (a) : coupleur CRLH asymétrique de neuf cellules de base [35], (b) : coupleur CRLH asymétrique à ondes inversées [36]	31

1.21	Prototypes d'antennes. (a) : antenne CMDG à résonance d'ordre zéro [30], (b) : antenne résonante en micro ruban CMDG en boucle [29]	31
1.22	(a) Prototypes d'une ligne métamatériau coplanaire, (b) sa réponse en fréquence [38]	32
1.23	(a) : Cellule élémentaire. (b) : layout final du MG CPW [39]	32
1.24	Ligne de transmission CRLH proposée par [50]. (a) Cellule unitaire de la méta-ligne avec une capacité série pour la commande de type MEMs, (b) Zoom sur la capacité, (c) Résultats de mesure : l'axe à gauche est la constante de phase en degrés et l'axe à droite est la constante d'atténuation en dB	33
1.25	Commande par éléments actifs (variation de la capacité) : (a) vue de dessus de la ligne, (b) vue de dessous du dispositif, (c) coefficient de transmission en dB en fonction de la fréquence de résonance et pour différentes valeurs de tensions appliquées sur le varactor [51]	34
1.26	Ligne de transmission CRLH équilibrée rendue agile par film ferroélectrique. (a) Conception de la méta-ligne à droite et capacité série est à gauche : la capacité parallèle additionnelle pour obtenir des conditions équilibrées, (b) photos de la capacité série prise par microscope, (c) prototype avec deux cellules unitaires, (d) Résultats de mesure pour trois valeurs de tensions appliquées	34
1.27	(a) La configuration physique de la cellule combinée de base CRLH CP, (b) La moitié de la cellule élémentaire et son circuit équivalent, (c) Modèle du circuit équivalent de la cellule élémentaire en configuration symétrique . .	35
1.28	(a) prototype du résonateur sur YIG (une cellule CRLH), (b) Coefficient de transmission en fonction de la fréquence pour différents champs statiques appliqués [55]	36
1.29	Prototype de la méta-ligne à YIG (cinq cellules CRLH) [55]	36
1.30	Moment magnétique élémentaire au niveau atomique [57]	37
1.31	Représentation schématique de la précession de l'aimantation	38
1.32	Exemple d'un cycle d'hystérésis	40
1.33	Structures des matériaux composites (à particules et à fibres) [63]	42
1.34	(a) Mélange Multiphase, (b) Inclusion isolée dans un milieu effectif [63] .	43
1.35	Prototype du résonateur d'ordre zéro à nanoparticules magnétiques (une cellule CRLH)	47
1.36	Prototype de la méta-ligne à nanoparticules magnétiques (cinq cellules CRLH)	47
1.37	Mesures de coefficient de réflexion du résonateur d'ordre zéro CRLH . . .	48

1.38	Mesures de coefficient de transmission du résonateur d'ordre zéro CRLH	48
1.39	Mesures de coefficient de transmission de la méta-ligne (cinq cellules CRLH)	49
1.40	Mesures de coefficient de réflexion de la méta-ligne (cinq cellules CRLH)	49
1.41	Photographies de composants réalisés par rajout de gouttes magnétiques :	
	a) résonateur, b) méta-ligne	50
1.42	système de polarisation magnétique externe	50
1.43	Mesure des coefficients de transmission (a) et de réflexion (b) pour le résonateur avec nanoparticules magnétiques (prototype figure 1.41 a). Variation de l'aimantation externe	51
1.44	Mesure des coefficients de transmission (a) et de réflexion (b) pour la méta-ligne avec nanoparticules magnétiques (prototype figure 1.41b). Variation de l'aimantation externe	51
1.45	Mesure des diagrammes de dispersion en fonction du champ magnétique extérieur appliqué. Cas du prototype méta-ligne à nanoparticules magnétiques (prototype figure 1.36)	52
2.1	Schéma du principe de la méthode de mesure en espace libre [80]	63
2.2	Schéma du principe de la méthode de mesure en cavité	66
2.3	Réponse en transmission d'une cavité résonnante [96]	67
2.4	Cavité rectangulaire totalement remplie du matériau sous test [97]	67
2.5	Sonde coaxiale et de son circuit électrique équivalent	69
2.6	Structure de transmission à deux ports	70
2.7	Schéma électrique équivalent d'une ligne de transmission	70
2.8	Ligne coaxiale	71
2.9	Mesure des paramètres S d'une ligne de transmission	72
2.10	Modèle équivalent d'une ligne de transmission chargée	72
2.11	Schéma d'un guide d'onde rectangulaire remplie d'un matériau à caractériser	74
2.12	Configurations de la cavité résonante (a) Cavité à vide, (b) Cavité à chargée	78
2.13	Réprésentation du champ électrique dans la cavité en mode TE ₁₀₂	80
2.14	Réprésentation du champ électrique et de l'échantillon dans la cavité	81
2.15	Configuration en 3D de deux échantillons	82
2.16	Modèle de simulation 3D de la cavité résonante (HFSS)	84
2.17	Modèle de simulation 3D de la cavité résonante adaptée à la détermination des constantes diélectriques (HFSS)	85
2.18	Organigramme d'extraction de paramètres diélectriques en utilisant la méthode de perturbation	85

2.19	Résultats des simulations de la cavité à vide et à charge	86
2.20	Modèle de simulation 3D de la cavité résonante adaptée à l'extraction des paramètres magnétiques (HFSS)	87
2.21	Organigramme d'extraction de paramètres magnétiques en utilisant la méthode de perturbation de la cavité résonante	87
2.22	Résultats des simulations de la cavité à vide, à charge et à $H_0 = 350mT$.	88
2.23	Extraction de la perméabilité complexe de l'échantillon à $f=9$ GHz : a) partie réelle, b) partie imaginaire	88
2.24	Ligne de transmission coplanaire : a) Vue de dessus, b) coupe transversale	90
2.25	Distribution de champs électrique et magnétique sur la cellule	91
2.26	Schéma synoptique de calcul HFSS	95
2.27	Paramètres de dispersions en fonction de la fréquence de la cellule	96
2.28	Impédance complexe en fonction de la fréquence de la cellule	96
2.29	a) Structure de la cellule chargée (3D HFSS), (b) Vue en coupe de la structure	97
2.30	Déphasage en fonction de la perméabilité relative à $f=10$ GHz pour trois épaisseurs différentes de matériau magnétique déposé sur la cellule (HFSS) : a) $\epsilon_r = 1$, b) $\epsilon_r = 10$	97
2.31	Déphasage en fonction de la perméabilité relative pour deux valeurs de permittivité relative en fixant l'épaisseur du matériau magnétique à $f=10$ GHz	98
2.32	Permittivité effective extraite des déphasages en fonction de la fréquence pour trois épaisseurs différentes du matériau magnétiques avec $\mu_r=50$. .	98
2.33	(a) Cellule chargée sur le conducteur central 3D HFSS, (b) vue de profil de la structure avec les champs E et H de la ligne à vide	99
2.34	Déphasage en fonction de la perméabilité structure chargée sur le conducteur à $f=10$ GHz : a) $\epsilon_r = 1$, b) $\epsilon_r = 10$	99
2.35	Déphasage en fonction de perméabilité relative pour deux valeurs d'epsilon à $f=10$ GHz	100
2.36	Perméabilité effective extraite des déphasages en fonction de la fréquence pour structure matériau placé sur le conducteur central de la cellule $\epsilon_r=10$: a) $\mu_r = 2$, b) $\mu_r = 50$	100
2.37	a) Cellule chargée en 3D HFSS (b) vue de profil structure et les champs E et H indiqués	101
2.38	Déphasage de l'onde en fonction de la perméabilité relative du matériau magnétique pour deux valeurs de permittivité relative à $f=10$ GHz : a) $\epsilon_r = 1$, b) $\epsilon_r = 10$	101

2.39	Tracé en 3D de déphasage en fonction de la permittivité et perméabilité de ferrite d'épaisseur 10um à f=10 GHz	102
2.40	Tracé en 3D de déphasage en fonction de la permittivité et perméabilité de ferrite d'épaisseur 5um à f=10 GHz	103
2.41	Vu en coupe du pont 10um 5um 10um	103
2.42	Tracé en 3D de déphasage en fonction de la permittivité et perméabilité de ferrite en pont à f=10 GHz	103
2.43	Tracé en 3D de déphasage avec élargissement du matériau en pont 10um 5um 10um à f=10 GHz	104
2.44	a) Cellule chargée en 3D HFSS (b) vue de profil cellule avec ferrite de 2 µm	104
2.45	Tracé en 3D de déphasage en fonction de la permittivité et perméabilité de ferrite mince de 2um	105
2.46	(a) Configuration de ferrite sur la cellule polarisation suivant x, (b) Phase en fonction de la fréquence et champs de polarisation extérieur	106
2.47	Perméabilité complexe en fonction de la fréquence pour deux valeurs de champ statique appliqué sur le YIG	106
2.48	(a) Configuration de ferrite sur la cellule polarisation suivant z, (b) Phase en fonction de la fréquence et champs de polarisation extérieur	107
2.49	(a) Paramètres de transmissions en fonctions de la fréquence (b) effet non réciproque en fonction de l'épaisseur du matériau magnétique à f=10 GHz	107
2.50	(a) Configuration de la maghémite sur la cellule polarisation suivant x, (b) Phase en fonction de la fréquence et champs de polarisation extérieur . .	108
2.51	Perméabilité complexe en fonction de la fréquence pour deux valeurs de champ statique de la cellule chargée par maghémite	108
2.52	(a) Configuration de la maghémite sur la cellule polarisation suivant z, (b) Phase en fonction de la fréquence et champs de polarisation extérieur . .	109
3.1	Dépôt de cuivre sur le substrat d'alumine (vue en coupe	115
3.2	Photographie du banc de dépôt d'une couche mince de cuivre	115
3.3	Photographie du banc d'insolation UV	117
3.4	Schéma descriptif des principes étapes de fabrication	118
3.5	Photographies de dispositifs réalisés : a) résonateur, b) méta-ligne	118
3.6	Banc de préparation sol-gel	120
3.7	Preparation d'agent protecteur (MAA : méthacril-acid)	121
3.8	Préhydrolyse (MAPTS : methacryoxy-propiltrimethoxy-silane)	121
3.9	Hydrolyse	121

3.10 Polycondensation	121
3.11 Différentes étapes de dépôt de spin coating [65]	122
3.12 Différentes étapes de dépôt de spin coating [120]	122
3.13 Différentes étapes de dépôt dip coating [65]	123
3.14 Banc de tirage	123
3.15 Traitement thermique : a) four, b) résonateur, c) méta-ligne, d) sol-gel sur alumine	124
3.16 Photographie de l'instrument de mesure d'épaisseur, DEKTAK XT	124
3.17 Analyseur vectoriel de réseaux couplé au testeur sous pointes	127
3.18 Schéma de principe de mesure d'un analyseur vectoriel de réseaux	128
3.19 Photographie de substrat utilisé en cavité : a) substrat à vide, b) dépôt sol-gel sur le substrat	129
3.20 Cavité rectangulaire : a) Cavité à vide, b) Cavité chargée	130
3.21 Cavité pour la mesure de ϵ^*	131
3.22 Cavité pour la mesure de μ^*	131
3.23 Photographie du banc de caractérisation équipé de la cavité pour la mesure diélectrique	132
3.24 Photographie du banc de mesure de μ^* équipé de la cavité et d'un électroaimant	132
3.25 Languette d'alumine et couche mince de sol-gel	133
3.26 Courbe de mesure à l'aide du profilomètre	133
3.27 (a) Paramètre de réflexion en fonction de la fréquence, (b) méthode de perturbation	134
3.28 (a) Paramètre de réflexion en fonction de la fréquence pour quelques valeurs de champs appliqués (b) Méthode de perturbation	135
3.29 Variation de la perméabilité complexe en fonction du champ appliqué, pour un sol-gel dopé de même concentration et d'épaisseurs différentes	135
3.30 Récapitulatif sur la permittivité complexe de couches de sol-gels de concentration 8,8%	137
3.31 Variation de la perméabilité complexe en fonction de champ appliqué pour des sol-gel dopés (a) μ' , (b) μ''	137
3.32 Cellule de mesure : a) cellule à vide, b) dépôt de sol-gel pleine plaque, c) Cellule finale	141
3.33 Mesure des paramètres de réflexion en fonction de la fréquence de la cellule, $H_0=200$ mT	141

3.34	Mesure des paramètres de transmission en fonction de la fréquence de la cellule, $H_0=200$ mT	142
3.35	Mesure des phases de réflexion en fonction de la fréquence de la cellule, $H_0=200$ mT	142
3.36	Mesure de phases de transmission en fonction de la fréquence de la cellule, $H_0=200$ mT	143
3.37	Mesure de la constante de propagation complexe de la cellule : a) constante d'atténuation ; b) constante de phase	143
3.38	Mesure de paramètres effectifs de la cellule : a) ε_{eff} ; b) μ_{eff}	144
3.39	Mesure de la permittivité effective en fonction de la fréquence	144
3.40	Comparaison mesure et théorie de la perméabilité effective en fonction de fréquence : a) μ'_{eff} ; b) μ''_{eff} ; $H_0 = 200mT$	145
3.41	Quadripôle	150
3.42	Graphe de fluence	151
3.43	N quadripôles en cascade	152
3.44	Présentations des éléments série (a) et parallèle (b)	152
3.45	Quadripôle en T	153
3.46	Quadripôle en π	153

Liste des tableaux

1.1	Aimantation à saturation de quelques ferrites massifs	45
1.2	Comparatif d'évolution de la fréquence centrale en fonction de la structure choisie et du champ d'aimantation	54
1.3	Comparatif du niveau de transmission pour la fréquence centrale, en fonction de la structure choisie et du champ d'aimantation	55
1.4	Comparatif du facteur de mérite de transmission pour la fréquence centrale, en fonction de la structure choisie et du champ d'aimantation	55
2.1	Comparaison sur les principales méthodes de caractérisation	76
2.2	Paramètres de mesure en cavité	84
2.3	Propriétés diélectriques d'une couche de ferrite d'épaisseur 24 μm (HFSS)	86
2.4	Paramètres initiaux de simulation	87
2.5	Dimensions des lignes coplanaires utilisées	90
2.6	Valeurs de Z_c , et ε_{eff} par calcul analytique	93
3.1	Quelques valeurs de paramètres de dépôt de couche mince de cuivre . . .	116
3.2	Dimensions des cavités	131
3.3	Dimensions de substrat	132
3.4	Permittivités de sol-gels dopés de deux échantillons de même concentration et d'épaisseurs différentes	134
3.5	Permittivité de sol-gel dopée de trois échantillons de concentrations volumiques différentes (épaisseur en μm)	136

Bibliographie

- [1] C. Caloz and T. Itoh. *Electromagnetic Metamaterials : Transmission line theory and microwave applications*. JOHN WILEY and SONS, 2006.
- [2] J.C. Bose. On the rotation of plane of polarization of electric waves by a twisted structure. *Proceeding of the Royal Society of London*, 1(63) :146–152, 1898.
- [3] H. Lamd. On group velocity. *Proceedings London Mathematical Society*, 2(1) :474–479, 1904.
- [4] H.C. Pocklington. Growth of a wave-group when the group-velocity is negative. *Nature*, 71 :607–608, 1905.
- [5] I.V. Lindell, A. H. Sihvola, and J. Kurkijarvi. Karl f. lindman : The last hertzian, and harbinger of electromagnetic chirality. *IEEE Antennas Propagation Magasing*, 34(3) :24–30, 1992.
- [6] I. Mandelshtam. Lecture on some problems of the theory of oscillations. *Complete collection of works*, 5 :428–467, 1950.
- [7] W.E. Kock. Metallic delay lenses. *Bell Sys. Tech. J*, 27(1) :58–82, January 1948.
- [8] G. D. Malyuzhinets. A note on the radiation principle. *Zhurnal Technicheskoi Fiziki*, 21 :940–942, 1951.
- [9] D.V. Sivukhin. The energy of electromagnetic waves in dispersive media. *Opt. Spektrosk*, 3 :308–32, 1957.
- [10] V.W. Pafomov. Jetp 33. *Soviet Physics*, 33(2) :242, 1971.
- [11] V. Veselago. The electrodynamics of substances with simultaneously negative μ and ϵ . *Soviet Physics Uspekhi*, 92(3) :517–526, 1967.
- [12] V.G. Veselago. The electrodynamics of substances with simultaneously negative values of ϵ and μ . *Soviet Physics uspekhi*, 10(4) :509–514, February 1968.
- [13] J. B. Pendry, A. J. Hoden, W. J. Stewart, and I. Youngs. Extremely low frequency plasmons in metallic mesostructures. *Physical Review Letters*, 76(25) :4773–4776, June 1996.
- [14] J. B. Pendry, A. J. Holden, D. J. Robbins, and W. J. Stewart. Magnetism from conductors and enhanced nonlinear phenomena. *EEE Transactions on microwave theory and technique*, 47(11) :2075–2084, November 1999.

- [15] D.R. Smith, W.J. Padilla, D.C. Vier, S.C. Nemat-Nasser, and S. Schultz. Composite medium with simultaneously negative permeability and permittivity. *Physical review letters*, 84(18) :4184–4187, 2000.
- [16] R. A. Shelby, D. R. Smith, and S. Schultz. Experimental verification of a negative index of refraction. *Science*, 292 :77–79, 2001.
- [17] E. Lheurette. *Metamaterials and Wave Control (introduction)*. Wiley-ISTE, editeurs e. lheurette. p. xi edition, 2013.
- [18] R. SIRAGUSA. *Etude de nouvelles fonctions radiofréquences à base d’antennes à onde de fuite composite main droite/gauche*. PhD thesis, Grenoble INP, 2009.
- [19] V. A. Kalmyk, S. B. Rayevskiy, and V. P. Ygryumov. An experimental verification of existence of complex waves in a two layer circular shielded waveguide. *Radio Engineering and Electronic Physics*, 23 :16 –19, 1978.
- [20] S. A. Ramakrishna. Physics of negative refractive index materials. *Rep. Prog. Phys.*, 68 :449–521, January 2005.
- [21] J. D. Baena, J. Bonache, F. Martín, R. Marqués, F. Falcone, T. Lopetegui, M. A. G. Laso, J. García-García, I. Gil, M. Flores, and M. Sorolla. Equivalent circuit models for split ring resonators and complementary split ring resonators coupled to planar transmission lines. *IEEE Trans. Microw. TheoryTech*, 53(4) :1451–1461, Apr 2005.
- [22] B. Sauviac, C.R. Simovski, and S.A. Tretyakov. Double split-ring resonators : analytical and numerical modelling. *Electromagnetics*, 24(5) :317–338, july 2004.
- [23] N. Engheta and R. W. Ziolkowski. A positive future for double- negative metamaterials. *IEEE Trans. Microw. Theory Tech*, 53(4) :1535–1556, 2005.
- [24] P. Alain. *Matériaux composites en électromagnétisme : Matériaux chargés, matériaux électroniques et métamatériaux*. Techniques de l’ingénieur T1.e 1165, Mai 2009.
- [25] F. Falcone, F. Martin, J. Bonache, R. Marqués, T. Lopetegui, T. Lopetegui, M.A.G. Laso, J.D. Baena, J. Bonache, M. Berurete, R. Marqués, F. Martin, and M. Sorolla. Babinet principle applied to metasurface and metamaterial design. *Physical Review Letters*, 93(19), November 2004.
- [26] C. Caloz and T. Itoh. Transmission line approach of left-handed (lh) materials and microstrip implementation of an artificial lh transmission line. *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 52(5) :1159–1166, May 2004.
- [27] C.Caloz and T.Itoh. Transmission line approach of left-handed (lh) materials. *USNC/URSI National Radio Science meeting*, 1 :39, June 2002.
- [28] L. Chao and L. Fang. Novel resonator based on composite right/left-handed transmission lines. *Journal of Zhejiang University SCIENCE A*, 7(1) :85–88, January 2006.

- [29] C. Caloz, T. Itoh, and A. Rennings. Crlh metamaterial leaky-wave and resonant antennas. *IEEE Antennas and Propagation Magazine*, 50(5) :25–39, October 2008.
- [30] A. Sanada M. Kimura I. Awai H. Kubo C. Caloz and T. Itoh. A planar zeroth order resonator antenna using left-handed transmission line. *European Microwave Conference, Amsterdam, Netherlands*, pages 1341–1344, 2004.
- [31] A.Lai, C.Caloz, and T.Itoh. Composite right left-handed transmission line metamaterials. *IEEE Microwave Magazine*, 5(3) :34–50, September 2004.
- [32] R. Marques J. D. Baena M. Beruete F. Falcone T. Lopetegi M. Sorolla F. Martin and J. Garcia. A initio analysis of frequency selective surfaces based on conventional and complementary split ring resonators. *J. Opt. A : Pure Appl. Opt.* 7, page 38–43, January 2005.
- [33] R. Marqués, J. Martel, F. Mesa, and F. Medina. Left handed media simulation and transmission of em waves in subwavelength srr-loaded metallic waveguides. *Phys. Rev.Lett*, 89(18-28) :183901–03, February 2002.
- [34] J. Bonache, F. Martin, I. Gil J. Garcia-Garcia, R. Marques, and M. Sorolla. Microstrip band pass filters with wide bandwidth and compact dimensions. *Microwave and Optical Technology Letters*, 46(4), August 2005.
- [35] C. Caloz and T. Itoh. A novel mixed conventional microstrip and composite right/left-handed backward-wave directional coupler with broadband and tight coupling characteristics. *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, 14(1) :31–33, January 2004.
- [36] A. Sanada C. Caloz and T. Itoh. A novel composite right/left-handed coupled-line directional coupler with arbitrary coupling level and broad bandwidth. *IEEE Transactions of Microwave Theory and Techniques*, 52(3) :980–992, March 2004.
- [37] C.P. Wen. Coplanar waveguide : A surface strip transmission line suitable for nonreciprocal gyromagnetic device applications. *IEEE Transactions of Microwave Theory and Techniques*, 17(12) :1087–1090, December 1969.
- [38] J. Gao and L. Zhu. Characterization of infinite and finite extent coplanar waveguide metamaterials with varied left- and right handed passbands. *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, 15(11) :805–807, November 2005.
- [39] J. Machàc, M. Hudlicka, J. Zehentner, N.G. Spiliotis, and A.S. Omar. Coplanar wave guide transmitting a left-handed wave. In *European Microwave Conference*, October 2005.
- [40] S.G. Mao, M.S. Wu, Y.Z. Chueh, and C.H. Chen. Modeling of symmetric composite right/left-handed coplanar waveguides with applications to compact bandpass filters. *IEEE Transactions of Microwave Theory and Techniques*, 53(11) :3460–3466, November 2005.

- [41] S.G. Mao, M.S. Wu, and Y.Z. Chueh. Design of composite right/left-handed coplanar wave guide band pass and dual-pass band filters. *IEEE Transactions of Microwave Theory and Techniques*, 54(9) :3543–3549, September 2006.
- [42] S.G. Mao and M.S. Wu. A novel 3-db directional coupler with broad bandwidth and compact size using composite right/left-handed coplanar waveguides. *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, 17(5) :331–333, May 2007.
- [43] S. Simion, R. Marcelli, and G. Sajin. Small-size cpw silicon resonant antenna based on transmission-line meta-material approach. *Electronics Letters*, 43(17) :908–909, August 2007.
- [44] S.G. Mao and Y.Z. Chueh. Broadband composite right/left-handed coplanar waveguide splitters with arbitrary phase responses and balun and antenna applications. *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 54(1) :243–250, January 2006.
- [45] F. Falcone, F. Martin, J. Bonache, R. Marqués, T. Lopetegui, and M. Sorolla. Left handed coplanar waveguide band pass filters based on bi-layer split ring resonators. *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, 14(1) :10–12, January 2004.
- [46] I. Gil J. Bonache M. Gil J. Carcia-Carcia F. Martin and R. Marqués. Accurate circuit analysis of resonant-type left handed transmission lines with inter-resonator coupling. *Journal of Applied Physics*, 100(1) :07490810–1–07490810–10, October 2006.
- [47] A. Grbic and G.V. Eleftheriades. Periodic analysis of a 2-d negative refractive index transmission line structure. *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 51(10) :2604–2611, October 2003.
- [48] P. Alitalo, S. Maslovski, and S. Tretyakov. Experimental verification of the key properties of a three-dimensional isotropic transmission-line superlens. *Journal of Applied Physics*, 99(12) :124910–1–124910–6, June 2006.
- [49] A. Grbic and G.V. Eleftheriades. An anisotropic three-dimensional negative-refractive index transmission-line. *Journal of Applied Physics*, 98(4) :043106–1–043106–5, August 2005.
- [50] J. Perruisseau-Carrier T. Lisecand A.K. Skrivervik. Circuit model and design of silicon-integrated crlh-tls analogically controlled by mems. *Microw. Opt. Technol. Lett*, 48(12) :2496–2499, 2006.
- [51] A. Vélez, J. Bonache, and F. Martín. Varactor-loaded complementary split ring resonators (vlsrr) and their application to tunable metamaterial transmission lines. *Microwave and Wireless Components Letters IEEE*, 18(1) :28–30, June 2008.
- [52] A. MARTEAU G. VELU G. HOUZET L. BURGNIES E. LHEURETTE J.C. CARRU and D. LIPPENS. Ferroelectric tunable balanced right- and left-handed transmission lines. *Appl. Phys. Lett.* 94.023507, 2009.

- [53] B. Sauviac. *Metamaterials and Wave Control (Chapter 2 : MetaLines : Transmission Line Approach for the Design of Metamaterial Devices)*. editeurs : E. Lheurette Wiley-ISTE, 2013.
- [54] A. Zermane, B. Sauviac, B. Bayard, B. Payet-Gervy, J.J Rousseau, and A. Benghalia. Experimental verification of tunable property of a zeroth-order resonator on ferrite substrate. *Microwave Optical and Technology Letters*, 56(12) :2805–2809, december 2014.
- [55] A. ZERMANE. *Contribution à l'étude et la faisabilité de micro-résonateurs en structure planaire*. PhD thesis, UniversitéMentouri de Constantine et Jean Monnet de Saint-Etienne, juin 2011.
- [56] D. Stancil. *Theory of Magnetostatic Wave*. Springer-Verlag QC176.8.P6S7 p110, 1993.
- [57] L. Thourel. *Dispositifs à ferrites pour micro-ondes*. Masson et Cie, 1969.
- [58] F. BOUKCHICHE. *Etude de structures Coplanaires à Métamateriaux et à couche-Magnétique*. PhD thesis, Universités Jean Monnet de Saint-Etienne et Mentouri de Constantine, Novembre 2010.
- [59] R. M. Cornell and U. Schwertmann. *The iron oxides. Structure. properties. reactions. occurrences and uses*. 2nd ed Wiley-VCH Ed, 2003.
- [60] H. Kachkachi, M. Noguès, E. Tronc, and D. A. Garanin. Finite-size versus surface effects in nanoparticles. *J. Magn. Magn. Mater*, 221 :158–163, 2000.
- [61] G. C. Papaefthymiou. Nanoparticle magnetism. *Nano Today*, 4(1) :438–447, February 2009.
- [62] E. Tronc, M. Noguès, C. Chanéac, F. Lucari, F. D’Orazio, J. M.Grenèche, J. P. Jolivet, D. Fiorani, and A. M. Testa. Magnetic properties of γ -Fe₂O₃ dispersed particles : size and matrix effects. *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, 272(276) :1474–1475, 2004.
- [63] T. BOYAJIAN. *Etude et réalisation d’un circulateur hyperfréquence à nano particules magnétiques orientées dans la bande de 40MHz à 60GHz*. PhD thesis, Université Jean Monnet de Sainte Etienne, septembre 2001.
- [64] J.C. Maxwell garnett. *Colours in metal glasses and in metallic films*. phil-trans.R.Soc.Lond, 1904.
- [65] F. CHOUEIKANI. *Étude des potentialités de couches minces sol-gel dopées par des nanoparticules magnétiques pour la réalisation de composants magnéto-optiques intégrés*. PhD thesis, Université Jean Monnet de sainte Etienne, Mai 2008.
- [66] F. Chen, R. Shi Y. Xue, L. Chen, and Q. H. Wan. Templated synthesis of monodisperse mesoporous magnemite and silica microspheres for magnetic separation of

- genomic dna. *Journal of Magnetism and magnetic materials*, 322(16) :2439–2445, Août 2010.
- [67] D. Predoi, V. Kuncser, M. Nogues, E. Tronc, J. P. Jolivet, G. Principi, G. Filotiand, and G. Schinteie. Magnetic properties of γ - Fe_2O_3 nanoparticles. *J. of Optoelectronics and Advanced Materials*, 5(1) :211–216, March 2003.
- [68] L. Machala, J. Tucek, and R. Zboril. Polymorphous transformation of nanometric iron(III) oxide : a review. *Chem. Mater*, 23(14) :3255–3272, June 2011.
- [69] C.R. WEAST and M.J. ASTLE. *Handbook of chemistry and physics*. CRC Press 61^{ème} édition, 1981.
- [70] P. Dutta, A. Manivannan, M. S. Seehra, N. Shah, and G. P. Huffman. Magnetic properties of nearly defect-free maghemite nanocrystals. *Phys. Rev. B*, 70(17) :174428, November 2004.
- [71] A. G. Roca, D. Niznansky, J. Poltiero-Vejpravova, B. Bittova, M. A. Gonzalez-Fernandez, C. J. Serna, and M. P. Morales. Magnetite nanoparticles with no surface spin canting. *J. Appl. Phys*, 105(11) :114309, 2009.
- [72] Y. El Mendili. *Etude des propriétés structurales et magnétiques de nanoparticules de maghemite dispersées dans une matrice de silice*. PhD thesis, Maine, Avril 2011.
- [73] S. Mornet F. Grasset E. Duguet. Silica nanoparticles with a $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ magnetic core synthesis, thermal behaviour and magnetic properties. *Proceedings of the eighth international conference on ferrites (ICF 8) Kyoto and Tokyo*, 3(2) :110–113, 2000.
- [74] C. Amiens and B. Chaudret. Organometallic synthesis of nanoparticles. *Mod. Phys. Lett. B*, 21(18) :1133–1141, August 2007.
- [75] S. Neveu, A. Bee, M. Robineau, and D. Talbot. Size-selective chemical synthesis of tartrate stabilized cobalt ferrite ionic magnetic fluid. *Colloid Interface Sci.* 255 293, 255(2) :219–433, November 2002.
- [76] B. Weir. Automatic measurement of complex dielectric constant and permeability at microwave frequencies. *proc. IEEE*, 62(1) :pp. 33–36, 1974.
- [77] Grégory HOUZET. *Déphasage composite accordable et routage spatial par la technologie des métamatériaux*. PhD thesis, Université de LILLE 1, Octobre 2009.
- [78] D.J. Kern, D.H. Werner, and Lisovich. Metaferrites : using electromagnetic bandgap structures to synthesize metamaterial ferrites. *IEEE Trans. On Anten. Propag*, 53(4) :1382–1389, avril 2005.
- [79] R. B. Greigor, C. G. Parazzoli, K. Li B. E. C. Koltenbah, and M. Tanielian. Experimental determination and numerical simulation of the properties of negative index of refraction materials. *Optics Express*, 11 :688–695, 2003.

- [80] Mourad ADOUS. *Caractérisation électromagnétique des matériaux traités de génie civil dans la bande de fréquences 50 MHz-13 GHz*. PhD thesis, Université de Nantes, Octobre 2006.
- [81] D. K. Ghodgaonkar, V. V. Varadan, and V. K. Varadan. Measurement of complex permittivity and complex permeability of magnetic materials at microwave frequencies. *IEEE Trans. Instrument. Meas*, 39(2) :387–394, April 1990.
- [82] 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. *IEEE Trans. Instrument. Meas*, 37(3) :789–793, 1989.
- [83] O. Rybin and T. Abbas. Broadband microwave measurements of relative permittivity and permeability of materials. *Journal of Research (Science)*, 18(3) :p197–210, July 2007.
- [84] M. Franck. *Contribution à la Caractérisation Electrique des Matériaux Utilisés en Microélectronique Radiofréquence*. PhD thesis, Université Joseph FOURIER de Grenoble, 2008.
- [85] D. Richard, J. Hollinger, K. Anikumar, V. Tellakula, and K. Varadan. microwave characterization of the dielectric materials from 8 to 110 ghz using a freespace setup. *IEEE Microwave and Optical Technology Letters*, 30(2), July 2001.
- [86] T. T. Grove, M.F. Masters, and R.E. Miers. Determining dielectric constants using a parallel plate capacitor. *American Journal of Physics*, 73(1) :52–56, 2005.
- [87] T.M. L. Ming. He. Metal-dielectric interfaces in gigascale electronics. *New York Inc. : Springer-Verlag*, 2012.
- [88] K. Buell and K. Sarabandi. A method for characterizing complex permittivity and permeability of meta-materials. *Proceeding of IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium*, 2(7508682) :408 – 411, 2002.
- [89] L. Chen, C. K. Ong, and B. T. G. Tan. Cavity perturbation technique for the measurement of permittivity tensor of uniaxially anisotropic dielectrics. *IEEE Trans. Instrum. Meas*, 48(6) :1023–1030, 1999.
- [90] J. Krupka, R. G. Geyer, M. Kuhn, and J. H Hinden. Dielectric properties of a1201 laa103 srtioj and mgo at cryogenic temperature. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 42 :1886– 1890, 1994.
- [91] R. J. Cook. Microwave cavity methods. *presented at the in High Frequency Dielectric Measurement U.K. : IPC Science and Technology Press*, 1973.
- [92] M. E. Brodwin and M. K. Parsons. New approach to the perturbation of cavity resonators by homogeneous, isotropic spheres. *Journal of Applied Physics*, 36(2), February 1965.

- [93] Y. Kobayashi and Tanaka S. Resonant modes of a dielectric rod resonator short-circuited at both ends by parallel conducting plates. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 28(10) :1077 – 1085, october 1980.
- [94] I. Ismail, I. Eldumiati, George, and I. Haddad. Cavity perturbation techniques for measurement of the microwave conductivity and dielectric constant of the bulk semiconductor material. *IEEE transactions on microwave theory and techniques*, 20(2) :126 – 132, February 1972.
- [95] I. M. Templet J. G. Linhar and R. Dunsmu. A microwave resonant cavity method for measuring the resistivity of semi-conducting materials. *British J. Appl. Phys*, 36(7), 1956.
- [96] R. Hatem. *Etude, Réalisation et Caractérisation d'une Antenne Plaquée en Polyaniline Fonctionnant à 10 GHz*. PhD thesis, Université Bordeaux I, 2004.
- [97] T. Soufiane. Méthodes de caractérisation hyperfréquence des antennes imprimées. Master's thesis, Université Mohamed Khider – Biskra, juin 2013.
- [98] J. Krupka A. I. Nosich et al. Whispering gallery modes in rutile resonators at millimeter wave frequencies. *in 13th International Conference on Microwaves, Radar and Wireless Communications*, 2000.
- [99] D. Michael, J. James Baker-Jarvis, B. Riddle, C. L. Holloway, N. G. Paulter, and J. E. Blendell. Dielectric and conductor-loss characterization and measurements on electronic packaging materials. *NIST Technical note 1520 boulder Colorado USA*, 5753(1520) :162, July 2001.
- [100] 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*, 1(1), 2012.
- [101] 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*, 13(4) :727–743, 2006.
- [102] T. Marsland and S. Evans. Dielectric measurements with an open-ended coaxial probe. *in IEEE Proceedings H (Microwaves, Antennas and Propagation)*, 134(4) :341–349., August 1987.
- [103] J. Baker-Jarvis. Transmission/reflection and short-circuit line permittivity measurements. *National Institute Of Standards And Technology (NIST) John W. Lyons*, 5753(1341) :68–76, July 1990.
- [104] F. Gardiol. *Hyperfréquences*. Polytechniques Romandes, ed. dunod presses edition, 1987.
- [105] M. D. Janezic, M. D. Dylan, F. William, V. Blaschke, A. Karamcheti, and Ch. Shih Chang. Permittivity characterization of low-k thin films from transmission-line mea-

- surements. *IEEE Trans. on Microwave Theory and Tech*, 51(1) :132–136, January 2003.
- [106] M. D. Janezic and D. F. William. Permittivity characterization from transmission-line measurement. *IEEE Trans. on Microwave Theory & Tech*, 3(8) :1343–1346, June 1997.
- [107] R.J. Brews. Transmission line models for lossy waveguide interconnections in v.l.s.i. *IEEE Trans On Electron Devices*, 33(9) :1356–1365, September 1986.
- [108] R. B. Marks and D. F. Williams. Characteristic impedance determination using propagation constant measurement. *IEEE Microwave and Guided Wave Letters*, 1(6) :141–143, June 1991.
- [109] J. Karl and al. Dielectric plug-loaded two-port transmission line measurement technique for dielectric property characterization of granular and liquid materials. *IEEE Trans. On Instrumentation and Measurement*, 48(6) :1141–1148, December 1999.
- [110] B. J. Wolfson and S. M. Wentworth. Complex permittivity and permeability measurement using a rectangular waveguide. *Microwave and Optical Technology Letters*, 27(3) :180–182, September 2000.
- [111] O. Klein, S. Donovan, M. Dressel, and G. Grüner. Microwave cavity perturbation technique : part i : principles. *International Journal of Infrared and Millimeter Waves*, 14(12) :2423–2457, December 1993.
- [112] R. A. Waldron. Perturbation theory of resonant cavities. *Proc. IEEE*, 107(12) :272–274, September 1960.
- [113] D. M. Pozar. *Microwave engineering*. 3rd ed. New York : John Wiley & Sons, 2005.
- [114] R. F. Harrington. *Time harmonic electromagnetic fields*. Series on Electromagnetic Wave Theory A Classic Reissue in the IEEE Press, 1961.
- [115] N. I. Dib and al. Study of a novel planar transmission line. *IEEE MTT S International Microwave Symposium Digest*, 2(4081875) :623–626, July 1991.
- [116] L. P. B. Katehi and G. M. Rebeiz. Novel micro machined approaches to mmics using low parasitic high performance transmission media and environments. *IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest*, 2(5358274) :1145–1148, June 1996.
- [117] R. N. Simons. *Coplanar waveguide circuits components and systems*. Wiley Series in Microwave and Optical Engineering, april 2001.
- [118] C. P. Wen. Coplanar waveguide : A strip transmission line suitable for nonreciprocal gyromagnetic device application. *IEEE G-MTT International Microwave Symposium*, 17(12) :1087–1090, May 1969.
- [119] K. C. Gupta and al. *Microstrip lines and slotlines*. Artech House Inc, 2nd edition, 1996.

-
- [120] W. Hamd. *Elaboration par voie sol-gel et étude microstructurale de gels et de couches minces de SnO₂*. PhD thesis, Université de Limoges, Décembre 2009.
- [121] G.H. BRYANT. Principles of microwaves measurements. *5.IEEE Electrical Meas*, 1988.
- [122] D. VINCENT. Cours sur les mesures hyperfréquences avec un analyseur de réseau. In *Chapitre 4. Cours*, 2009.
- [123] G.F HENGEN and HOER C.A. Thru-reflect-line. *IEEE Trans, Microwave TheoryTech*, 27(12) :987 – 993, janvier 1979.
- [124] K.J. SILVONEN. A general approach to network analyzer calibration. *IEEE Trans. MicrowaveTheory Tech*, 40(4), 1992.
- [125] G. Roussy and J. A. Pearce. Foundations and industrial applications of microwave and radio frequency fields : physical and chemical processes. *Wiley Chichester*, 1995.
- [126] J. Sheen. Amendment of cavity perturbation technique for loss tangent measurement at microwave frequencies. *Journal of applied physics*, 102(014102), 2007.
- [127] M. D. Pozar. *Microwave Engineering*. second edition bay John Wiley and Sons Inc, 1998.
- [128] R. BADOUAL Ch. MARTIN S. JACQUET. *Les micro-ondes 2ème édition*. MASSON Chapitre 4. p 188, 1993.
- [129] P. F. Combes. *Micro-ondes*. tome1. Lignes. guides et cavités Paris : Dunod, 1996.

Valorisation de recherche

- B. MAHAMOUT MAHAMAT, B. SAUVIAC, A. OUZER NABIL et M. SULTAN «Phénomènes agiles en fréquence sur des méta-lignes à base de composites sol-gel magnétique», JCMM 2014, 24–26 Mars, Nantes, France ;
- B. MAHAMOUT MAHAMAT and B. SAUVIAC, «Tunability of CRLH metamaterial components using magnetic sol-gel», IEEE Proceeding of the 45 EuMC 2015, pages 1108-1111 Paris, France ;
- B. MAHAMOUT MAHAMAT, B.SAUVIAC, M.F.BLANC-MIGNON, S.NEVEU, D.VINCENt et F.ROYER «Caractérisation électromagnétique de sol-gel dopée en utilisant la méthode en cavité résonante», JCMM 2016, 23–25 Mars, Calais, France ;
- B. MAHAMOUT MAHAMAT, B. SAUVIAC, M.F. BLANC-MIGNON, S. NEVEU, D. VINCENt and F. ROYER «Measurements complex permitivity and permeability of magnetic sol-gel doped by maghemite nanoparticuls using cavity resonant method», Progress In Electromagnetic Research Jounal, 2016 (submitted online).

Résumé

Mise en évidence d'effets magnétiques par voie Sol-Gel sur des méta-lignes.

Résumé : Ce travail concerne l'étude de deux dispositifs coplanaires de type composite main droite/gauche (CRLH : composite right left handed). Il s'agit d'un résonateur d'ordre zéro (ZOR) et d'une ligne méta-matériaux (méta-ligne). Dans la première partie du mémoire, des généralités sur des méta-matériaux et des méta-lignes et quelques domaines d'applications sont présentés. Ensuite, des dispositifs agiles en fréquences de types composites CRLH sont décrites et en particuliers ceux à composites à bases de nanoparticules magnétiques réalisés dans ces travaux de thèse. L'agilité en fréquence recherchée a été obtenue avec moins de pertes dans les dispositifs. La deuxième partie concerne la caractérisation électromagnétique (EM) de sol-gel. Quelques méthodes de caractérisations EM sont présentées. Ensuite, celles qui ont été utilisées pour caractériser les composites sol-gel magnétiques. La troisième partie est vouée aux démarches technologiques et résultats expérimentaux sur les méthodes de caractérisation EM. Quelques procédés de dépôts ont été énumérés. Les propriétés EM complexes (ε^* et μ^*) de so-gel dopé ont été déterminées.

Mots-clés : Structures CRLH, ZOR, méta-ligne, sol-gel, permittivité, perméabilité, caractérisation hyperfréquence.

Magnetic effects demonstration by Sol-Gel method on meta-lines.

Abstract : This work concerns the study of two type coplanar devices composite right / left handed (CRLH). It is about a zero order resonator (ZOR) and a metamaterial line (meta-line). In the first part, brief generalities on metamaterials, meta-lines and some domain of application are presented. Then tunable devices in frequency CRLH composite types are described and particularly those made of magnetic nanoparticles (sol-gel) made in the this work. The desired frequency agility was achieved with less loss in the devices. The second part concerns the doped sol -gel electromagnetic characterization. Some methods for electromagnetic characterization are presented. Then, those which have been used to characterize the sol-gel are presented. The third part is devoted to technological approaches and experimental results on electromagnetic characterization methods. Some deposition processes have been listed. The electromagnetic complex properties (ε^* et μ^*) of magnetic so-gel were determined.

keywords : CRLH structures, ZOR, meta-line, tunability, sol-gel, permitivity, permeability and microwave characterization.

