

Centre des Etudes Doctorales
Sciences Fondamentales et Appliquées

THESE

Présentée pour l'obtention du grade de

DOCTEUR

EN SCIENCES PHYSIQUES & INGENIERIES

SPÉCIALITÉ :

ELECTRONIQUE (Hyperfréquences & Télécommunications)

Par

Nawfal JEBBOR

**Etude numérique et expérimentale de propriétés
diélectriques de matériaux composites**

Soutenue le : 08 Mars 2014 devant les membres du Jury :

Mustapha HADDAD	PES, Faculté des Sciences, Meknès	Président
Mohamed ECH-ECHAOUI	PES, Faculté des Sciences, Fès	Rapporteur
Hassan AMMOR	PES, Ecole Mohammedia d'Ingénieurs, Rabat	Rapporteur
Mohamed Essaid ACHOUR	PES, Faculté des Sciences, Kénitra	Rapporteur
Abdelrhani NAKHELI	PES, Ecole Supérieure de Technologie, Meknès	Examineur
Lahcen BEJJIT	PES, Ecole Supérieure de Technologie, Meknès	Examineur
Seddik BRI	PH, Ecole Supérieure de Technologie, Meknès	Directeur de thèse

Année universitaire 2013/2014

A mes chers parents,

A ma chère Nadia,

A mes chers enfants Yacer et Salah Eddine,

A ma sœur Mounia et mon frère Réda,

A tous ceux qui me sont chers,

Remerciements

Cette thèse s'est déroulée au Laboratoire de Spectrométrie des Matériaux et Archéomatériaux (LASMAR), unité de recherche associée au CNRST (URAC II) à la Faculté des Sciences de l'Université Moulay Ismail - Meknès.

Je remercie M. le Professeur **Seddik BRI** qui a dirigé et encadré cette thèse avec dynamisme, détermination, lucidité et ambition scientifique.

Je tiens à remercier M. le Professeur **Mustapha HADDAD**, Professeur à la Faculté des Sciences de Meknès et Directeur du LASMAR, de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire et pour m'avoir fait l'honneur de présider le Jury de ma soutenance de thèse.

J'adresse mes remerciements à M. le Professeur **M. ACHOUR** de la Faculté des Sciences de Kenitra, M. le Professeur **M. ECH-ECHAOUI** de la Faculté des Sciences de Fès et M. le Professeur **H. AMMOR** de l'Ecole Mohammedia des Ingénieurs de Rabat d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail.

Merci aux Messieurs les Professeurs **L. BEJJIT** et **A. NAKHELI** de l'Ecole Supérieure de Technologie de Meknès de m'avoir fait l'honneur d'être membres du Jury.

Je remercie également le Docteur **M. CHAIBI** de la société Telecommunications and Information Technologies de Santander (Espagne) et M. le Professeur **A. M. SANCHEZ** de l'Université de Cantabria (Espagne) d'avoir mené à bien les mesures micro-ondes.

A vous mes **parents**, je dis un immense merci. Je vous suis infiniment reconnaissant pour votre soutien et vos encouragements.

Merci énormément à ma chère **Nadia** pour son soutien inébranlable, sa compréhension, sa présence apaisante et grâce à qui je crois avoir pu garder un pied dans la réalité même dans les moments de désespérance et d'effervescence.

Enfin, un grand merci à tous ceux qui ont participé de près ou de loin à l'aboutissement de cette thèse.

Résumé

Titre : Etude numérique et expérimentale de propriétés diélectriques de matériaux composites.

Ce travail s'intéresse à la prédiction de propriétés diélectriques macroscopiques ou effectives des matériaux composites en quasi-statique et en micro-onde. L'introduction des méthodes numériques de type différences finies dans le domaine temporel (FDTD) et éléments finis (FE) a permis d'obtenir des résultats numériques qui contribuent premièrement à l'acceptation ou le rejet de telle ou telle loi de mélange, deuxièmement à indiquer l'amélioration à apporter aux modèles analytiques existants ou encore à développer de nouvelles lois semi-empiriques. De plus, la phase de la caractérisation expérimentale permet de connaître la valeur réelle de la permittivité effective du milieu hétérogène, et ce, dans les cas où la longueur d'onde est largement supérieure à la dimension moyenne des inclusions. Les travaux réalisés ont pour objectifs : le développement de deux nouvelles techniques de caractérisation micro-onde des matériaux diélectriques en bandes X et Ku et la prédiction de la permittivité effective de matériaux composites aléatoires et périodiques via des simulations numériques. Une technique de caractérisation micro-onde en transmission / réflexion (T/R) a été développée, validée puis appliquée sur un ensemble de matériaux industriels. La technique est itérative et elle s'adapte aux mesures avec et sans calibrage de l'analyseur de réseau vectoriel. Nous avons développé aussi une autre technique basée sur la mesure du coefficient de réflexion d'un guide d'onde rectangulaire court-circuité pour caractériser des échantillons diélectriques à faible épaisseur. Les outils numériques FDTD et FE ont permis d'évaluer le comportement de la permittivité effective en fonction des paramètres qui régissent les systèmes des matériaux composites, tel que le contraste de permittivité, la fréquence du champ électrique externe, la concentration et la forme des inclusions. Un modèle semi-empirique a été développé pour reproduire les résultats des simulations en cas de composites périodiques. L'utilisation à la fois de la technique de caractérisation en T/R et la simulation micro-onde de composites granulaires a permis aussi d'étudier le comportement fréquentiel d'un matériau composite granulaire (grains du Graphite/Téflon) absorbant des ondes électromagnétiques sur une large bande [8.2-40] GHz.

Mots Clés : Lois de mélange, Matériaux Composites, Permittivité Effective, Méthodes Numériques, Micro-onde, Caractérisation Diélectrique, Guide d'Onde Rectangulaire.

Abstract

Title: Numerical and Experimental Study of dielectric properties of composite materials

The global goal of this study is the prediction of the effective permittivity of heterogeneous composite materials in the quasi-static and the microwave limits. The numerical tools like Fine-Difference Time-Domain (FDTD) and Finite Element (FE) are used to obtain numerical results which contribute to accept or to reject the used mixing rules. Fitting the numerical data can help to elaborate a new semi-empirical models to predict the effective permittivity of composite materials. In addition, the experimental characterization helps to know the real effective complex permittivity of the heterogeneous media in the case where the wavelength of the electric field is much greater than the typical size of inclusions. Two objectives are achieved: (i) The development of two new microwave techniques to determine the complex permittivity of dielectric materials at X and Ku frequency bands. (ii) The effective permittivity prediction of periodic and random composite materials using FDTD and FE tools. An improved microwave technique based on transmission / reflection measurements is developed and validated numerically and experimentally. This technique is iterative and well adapted to calibrated and uncalibrated vector network analyzer measurements. We have developed another iterative microwave technique based on reflection measurements of short-circuited rectangular waveguide filled by thin dielectric material. The numerical tools were used to evaluate the effective permittivity behavior as a function of parameters governing the composite material systems, such as permittivity contrast, frequency of the external electric field, density and shape of inclusions. A new semi-empirical mixing rule was developed to reproduce the numerical results of simulated periodic composites. The use of the microwave characterization technique in transmission / reflection and the microwave simulation of granular composite allows to study the frequency behavior of the tested granular composite material (Graphite grains / Teflon) as a radar absorbent material over a wide frequency range [8.2-40] GHz.

Keywords: Mixing Rules, Composite Materials, Effective Permittivity, Numerical Tools, Microwave, Dielectric Characterization, Rectangular Waveguide.

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	1
-----------------------------	---

CHAPITRE I

ETAT DE L'ART SUR LA CARACTERISATION DE MATERIAUX COMPOSITES

I.1. INTRODUCTION	3
I.2. PROPRIETES ELECTROMAGNETIQUES INTRINSEQUES DES MATERIAUX ...	4
I.3. MILIEUX DIELECTRIQUES.....	5
I.3.1. INTRODUCTION	5
I.3.2. PHENOMENES DE POLARISATION	6
I.3.3. PERMITTIVITE COMPLEXE ET PERTES DIELECTRIQUES	9
I.3.4. PARAMETRES DE RELAXATION DIELECTRIQUE ET MODELE DE DEBYE	10
I.3.5. INTERACTION DU CHAMP ELECTROMAGNETIQUE A L'INTERFACE DE DEUX MILIEUX DIELECTRIQUES.....	12
I.3.6. AUTRES PROPRIETES MACROSCOPIQUES DES MATERIAUX	14
a. Matériaux linéaires et non-linéaires.....	14
b. Matériaux isotropes et anisotropes	14
c. Matériaux homogènes et composites	15
I.3.7. CONNAISSANCE DE LA PERMITTIVITE COMPLEXE ET DOMAINES D'APPLICATION.....	15
I.4. MATERIAUX COMPOSITES ET APPROCHE DU MILIEU EFFECTIF	16
I.4.1. INTRODUCTION	16
I.4.1. APPROCHE DU MILIEU EFFECTIF ET LOIS DE MELANGE.....	19
I.4.2. MATERIAUX COMPOSITES PERIODIQUES	24
I.4.3. MATERIAUX COMPOSITES ALEATOIRES	24
I.5. TECHNIQUES DE CARACTERISATION MICRO-ONDE DES MATERIAUX : TOUR D'HORIZON.....	25
I.5.1. INTRODUCTION	25
I.5.2. TECHNIQUES DES SONDES : CARACTERISATION DIELECTRIQUE EN REFLEXION	27
a. Sonde en guide d'onde rectangulaire	29
b. Sonde en ligne de transmission coaxiale.....	30
I.5.3. TECHNIQUES DES LIGNES DE TRANSMISSION : CARACTERISATION DIELECTRIQUE EN TRANSMISSION / REFLEXION	33
a. Principe de la méthode explicite de Nicolson-Ross	36

b. Principe de la méthode itérative de Baker-Jarvis.....	37
I.5.4. TECHNIQUE EN ESPACE LIBRE.....	38
I.5.5. TECHNIQUE DE CAVITE RESONANTE	39
I.6. METHODES NUMERIQUES	40
I.6.1. INTRODUCTION	40
I.6.2. LA METHODE DES DIFFERENCES FINIES DANS LE DOMAINE TEMPOREL FDTD	40
I.6.3. LA METHODE DES ELEMENTS FINIS FE	41
I.7. CONCLUSION.....	42

CHAPITRE II

CONTRIBUTIONS AUX TECHNIQUES DE CARACTERISATION MICRO- ONDE DES MATERIAUX DIELECTRIQUES

II.1. INTRODUCTION.....	43
II.2. TECHNIQUE ORIGINALE EN TRANSMISSION / REFLEXION (T/R).....	44
II.2.1. PRINCIPE DE LA METHODE EN TRANSMISSION / REFLEXION (T/R)	44
II.2.2. VALIDATION PAR SIMULATION NUMERIQUE.....	47
II.2.3. VALIDATION EXPERIMENTALE	52
a. Dispositifs de mesures en bandes X et Ku	52
b. Résultats expérimentaux et discussion	52
II.2.4. CONCLUSION	63
II.3. TECHNIQUE EN GUIDE D'ONDE RECTANGULAIRE COURT-CIRCUITÉ	63
II.3.1. THEORIE DE LA METHODE	65
II.3.2. CAS D'ECHANTILLONS A FAIBLE EPAISSEUR.....	67
a. Technique de Sarabandi : caractérisation en réflexion	68
b. Technique de Chung : caractérisation en transmission.....	69
c. Technique de caractérisation en court-circuit.....	70
II.3.3. SENSIBILITE A L'EPAISSEUR	70
II.3.4. SIMULATION HFSS.....	74
II.3.5. ORGANIGRAMME DE CALCUL.....	75
II.3.6. RESULTATS DE SIMULATION	76
II.3.7. CONCLUSION	80
II.4. CONCLUSION	80

CHAPITRE III

SIMULATION 2D DE MATERIAUX COMPOSITES GRANULAIRES PAR LA METHODE FDTD-2D

III.1. INTRODUCTION.....	81
III.2. PRINCIPE DE LA METHODE DES DIFFERENCES FINIES DANS LE DOMAINE TEMPOREL (FDTD).....	82
III.2.1. LES EQUATIONS DE MAXWELL.....	82
III.2.2. DISCRETISATION PAR LA METHODE DES DIFFERENCES FINIES	83
III.2.3. CELLULE DE YEE.....	84
III.2.4. STABILITE NUMERIQUE.....	87
III.2.5. DISPERSION NUMERIQUE	87
III.2.6. COUCHES ABSORBANTES PML	88
III.2.7. EXCITATION ELECTROMAGNETIQUE.....	88
III.2.8. VALIDATION DU PROGRAMME FDTD EN 2D.....	92
III.3. MODELE DE SIMULATION	93
III.4. TEST INITIAL.....	94
III.5. GENERATION D'ECHANTILLONS DE COMPOSITES GRANULAIRES	96
III.6. RESULTATS DES SIMULATIONS.....	97
III.7. APPLICATION AUX IMAGES REELLES DES COMPOSITES GRANULAIRES.....	98
III.8. CONCLUSION.....	102

CHAPITRE IV

CARACTERISATION DE MATERIAUX COMPOSITES DIELECTRIQUES PAR LA METHODE DES ELEMENTS FINIS

IV.1. INTRODUCTION.....	103
IV.2. CAS DE COMPOSITES PERIODIQUES EN 3D	104
IV.2.1. LA STRUCTURE 3D ETUDIEE	104
a. Structure croisée simple.....	104
b. Structure croisée stratifiée	105
IV.2.2. METHODOLOGIE DE CALCUL DE LA PERMITTIVITE EFFECTIVE.....	106
IV.2.3. RESULTATS DE SIMULATION ET DISCUSSION	108

Table des matières

a. Paramètres de simulation.....	108
b. Effets du contraste de permittivité et de la fraction volumique.....	108
c. Effets de l'épaisseur et de la permittivité de l'interphase.....	111
IV.3. CAS DE COMPOSITES ALEATOIRES EN 2D	113
IV.3.1. SIMULATION EN QUASI-STATIQUE	113
IV.3.2. SIMULATION EN MICRO-ONDE	116
IV.3.3. APPLICATION AUX MATERIAUX ABSORBANTS SIMPLE COUCHE	119
IV.4. CONCLUSION.....	122
 CONCLUSION GENERALE	 124
 REFERENCES.....	 126
 PUBLICATIONS.....	 133

Liste des Figures

Figure I. 1. Variation de la permittivité diélectrique en fonction de la fréquence en correspondance avec les différents processus de polarisation [3]	8
Figure I. 2. Variation de la permittivité relative complexe de l'eau distillée en fonction de la fréquence.....	11
Figure I. 3. Interaction de l'onde électromagnétique à l'interface Air / Matériau diélectrique.....	13
Figure I. 4. Différents types de composites.	18
Figure I. 5. Homogénéisation d'une hétérostructure de deux phases. Les inclusions noires de permittivité ϵ_2 sont immergées dans une matrice de permittivité ϵ_1	19
Figure I. 6. La cellule unité représentative du milieu modélisé par la théorie de Maxwell-Garnett [1]	20
Figure I. 7. Cellule unité de la théorie de Bruggeman [1]	21
Figure I. 8. Permittivités effectives de trois milieux composites constitués d'une matrice de permittivité $\epsilon_1=2$ et des inclusions sphériques de permittivités $\epsilon_2=5, 10$ et 80 pour (a), (b) et (c), respectivement.	23
Figure I. 9. Sonde en ligne de transmission coaxiale à jupe métallique en contact avec le matériau diélectrique à caractériser	28
Figure I. 10. Sonde de mesure en guide d'onde rectangulaire en contact avec le matériau diélectrique à caractériser [65].....	28
Figure I. 11. Circuit équivalent de la sonde coaxiale à l'ouverture pour le modèle capacitif	31
Figure I. 12. Illustration d'une sonde coaxiale vide déposée sur un échantillon en Téflon (a). (b) et (c) représentent les distributions du champ électrique calculé aux fréquences 8.2 GHz et 18 GHz	32
Figure I. 13. Cellule de mesure en transmission /réflexion.....	33
Figure I. 14. Partie réelle de la permittivité relative du Téflon en fonction de la fréquence. Trait plein : technique de Nicolson-Ross. Trait en pointillés : procédure itérative de Baker-Jarvis [68]	37
Figure I. 15. Caractérisation en espace libre de l'échantillon	38
Figure I. 16. Caractérisation en cavité résonante cylindrique	39
Figure I. 17. Le maillage est plus serré autour de la zone d'intérêt [96]	42

Figure II. 1. Cellule de mesure.....	44
Figure II. 2. Modèles graphiques du guide d'onde rectangulaire WR90 utilisés dans les simulateurs COMSOL (a) et HFSS (b).....	48
Figure II. 3. Distribution spatiale du module du champ électrique en cas de 2D à 8.2GHz (a) et à 12.4GHz (b). Le MST est le Silicium ($\epsilon_r=12.1$).....	49
Figure II. 4. Evolution des parties réelle (a) et imaginaire (b) de la permittivité relative complexe du Mica en fonction de la fréquence.	50
Figure II. 5. Evolution des parties réelle (a) et imaginaire (b) de la permittivité relative complexe du Silicium en fonction de la fréquence	51
Figure II. 6. Dispositif de mesure en transmission / réflexion en bande X.....	53
Figure II. 7. Dispositif de mesure en transmission / réflexion en bande Ku	53
Figure II. 8. Permittivité relative complexe du Téflon en bande X avec calibrage de l'ARV.	55
Figure II. 9. Permittivité relative complexe du Téflon en bande Ku avec calibrage de l'ARV.	56
Figure II. 10. Mesure expérimentale de la permittivité relative complexe du Téflon en bande X avec et sans calibrage de l'ARV	59
Figure II. 11. Mesure expérimentale de la permittivité relative complexe du Celotex en bande Ku avec et sans calibrage de l'ARV.....	60
Figure II. 12. Evolution de la permittivité relative complexe en fonction de la fréquence en bande X.	61
Figure II. 13. Evolution de la permittivité relative complexe en fonction de la fréquence en bande Ku.....	62
Figure II. 14. Modèle graphique de simulation du guide d'onde WR90 court-circuité	64
Figure II. 15. Evolution de la permittivité relative complexe estimée en fonction de l'épaisseur de l'échantillon diélectrique à faibles pertes. La permittivité exacte est $\epsilon=2-j0.05$	71
Figure II. 16. Evolution de la permittivité relative complexe estimée en fonction de l'épaisseur de l'échantillon diélectrique à fortes pertes. La permittivité exacte est $\epsilon=20-j10$	72
Figure II. 17. Evolution de la partie réelle de la permittivité relative du Téflon ($\epsilon=2.1-j0.0016$) en fonction de l'épaisseur d de l'échantillon.....	74
Figure II. 18. Organigramme de calcul de la permittivité relative complexe	75
Figure II. 19. Permittivité relative complexe du Téflon calculée par la méthode proposée. L'épaisseur de l'échantillon est 5 mm.....	77

Figure II. 20. Permittivité relative complexe du bois naturel calculée par la méthode proposée.....	78
Figure II. 21. Permittivité relative complexe de l'eau distillée calculée par la méthode proposée. L'épaisseur de l'échantillon est 1mm	79
Figure III. 1. Principe de calcul de la dérivée première de $f(x)$ au point x_0	83
Figure III. 2. Cellule de Yee (Discretisation spatiale) et emplacement des composantes du champ électromagnétique en 3D et 2D [53].....	85
Figure III. 3. Schéma itératif de calcul de E et H . Le champ électrique est évalué aux instants $n\Delta t$ et le champ magnétique aux instants $(n+1/2)\Delta t$	85
Figure III. 4. (a) Forme temporelle d'une source Gaussienne. (b) Spectre fréquentiel	90
Figure III. 5. (a) Forme temporelle d'une excitation sinusoïdale modulée par une Gaussienne. (b) Spectre fréquentiel	91
Figure III. 6. Distribution en 2D du champ électrique total dans un espace libre.....	92
Figure III. 7. Modèle de simulation FDTD-2D.....	93
Figure III. 8. Allure des variations temporelles du module du champ incident $E_{inc}(t)$ et du champ réfléchi $E_{ref}(t)$	95
Figure III. 9. Comparaison entre le module de réflexion calculé par la simulation FDTD-2D (trait en pointillés) et sa valeur théorique obtenue via l'équation (III.25) (trait plein) pour un matériau homogène de $\epsilon=2$	95
Figure III. 10. Comparaison entre le module de réflexion calculé par la simulation FDTD-2D (trait en pointillés) et sa valeur théorique obtenue via l'équation (III.25) (trait plein) pour un matériau homogène de $\epsilon=10$	96
Figure III. 11. Echantillons virtuels du composite granulaire avec différentes fractions surfaciques f d'inclusions (pixels noirs)	96
Figure III. 12. Variation de la permittivité effective des échantillons granulaires en fonction de la fraction surfacique.....	97
Figure III. 13. Permittivité effective du composite TiO_2 /Epoxyde. Le composite est modélisé par 100 spécimens de fraction surfacique entre 0 et 40%. La fraction des inclusions est volumique pour $\blacklozenge$	98
Figure III. 14. Etapes de détermination de la permittivité effective. La fraction surfacique des inclusions est 57% et la permittivité effective est égale à 22.3 aux basses fréquences .	99
Figure III. 15. Etapes de détermination de la permittivité effective. La fraction surfacique des inclusions est 44% et la permittivité effective est égale à 19 aux basses fréquences ...	100
Figure III. 16. Etapes de détermination de la permittivité effective en micro-onde. La fraction surfacique est 19.3% et la permittivité effective est égale à 3.4.....	101

Figure IV. 1. <i>Structure du matériau composite périodique étudié</i>	105
Figure IV. 2. <i>Cellule unité du matériau composite de la figure IV.1 à tubes simples</i>	105
Figure IV. 3. <i>Cellule unité du matériau composite de la figure IV.1 à tubes recouvert par une couche interphase</i>	106
Figure IV. 4. <i>Evolution de la permittivité effective en fonction de la fraction volumique du matériau composite de la figure IV.1</i>	109
Figure IV. 5. <i>Evolution de l'exposant s de l'équation de McLachlan en fonction de la fraction volumique pour différents contrastes de permittivité k</i>	110
Figure IV. 6. <i>Evolution de la permittivité effective en fonction de la permittivité ϵ_3 et de l'épaisseur e de l'interphase du composite périodique de la figure IV.3</i>	112
Figure IV. 7. <i>Illustration de calcul numérique de la permittivité effective d'un matériau composite aléatoire. Les inclusions noires sont dispersées aléatoirement dans une matrice homogène</i>	114
Figure IV. 8. <i>Echantillons de composites aléatoires simulés. Les fractions surfaciques de ces échantillons sont 2.68%, 8.83%, 1.7% et 15.6% pour (a), (b), (c) et (d), respectivement</i>	114
Figure IV. 9. <i>Comparaison entre les résultats de simulation pour des matériaux composites à grains et à fibres et les lois analytiques de Maxwell-Garnett, Looyenga et Böttcher [120]</i>	115
Figure IV. 10. <i>Modèle graphique du guide d'onde rectangulaire WR90 utilisé dans les simulations 2D de COMSOL</i>	117
Figure IV. 11. <i>Evolution de la permittivité effective complexe en fonction de la fréquence du composite : grains du Graphite/Téflon pour différentes fractions surfaciques f</i>	118
Figure IV. 12. <i>Matériau composite d'épaisseur d utilisé pour absorber les ondes électromagnétiques en micro-onde. A l'adaptation Air/Composite, l'absorption est maximale</i>	120
Figure IV. 13. <i>Schéma électrique équivalent d'un matériau composite utilisé en absorption électromagnétique</i>	120
Figure IV. 14. <i>Evolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence du composite : grains du Graphite / Téflon utilisé comme matériau absorbant en simple couche</i>	122

Liste des tableaux

Tableau I. 1. <i>Différents types de polarisation [1]</i>	8
Tableau II. 1. <i>Valeurs moyennes des permittivités relatives complexes des différents matériaux diélectriques en bande X et erreurs relatives moyennes</i>	57
Tableau II. 2. <i>Valeurs moyennes des permittivités relatives complexes des différents matériaux diélectriques en bande Ku et erreurs relatives moyennes</i>	57
Tableau II. 3. <i>Erreurs relatives maximales de ϵ_r^* par rapport à la valeur exacte ϵ en cas du 5^{ème} et du 7^{ème} ordre d'approximation</i>	73

Introduction générale

L'étude des matériaux composites a commencé plus qu'un siècle et les efforts de concevoir de nouveaux produits ne cessent d'être soutenus. Un matériau composite ou hétérogène résulte généralement d'un assemblage aléatoire ou ordonné de constituants souvent très différents les uns des autres [1]. Les phases ou les matériaux constituant le composite sont choisis en fonction de l'application désirée. Les critères de choix peuvent être des propriétés électriques, thermiques ou mécaniques. Il est cependant possible de prédire les propriétés diélectriques macroscopiques (ou effectives) d'un tel système hétérogène en le remplaçant par un matériau homogène et d'en étudier la réponse diélectrique [2]. Les lois de mélange et les simulations numériques répondent à cette attente.

On s'intéresse spécialement à l'étude de propriétés diélectriques de matériaux composites vu que la permittivité est une propriété fondamentale et trouve ses applications dans différents domaines tel que les télécommunications [3], la compatibilité électromagnétique, l'aérospatial et les applications industrielles des micro-ondes [4].

L'avantage majeur des matériaux composites est la possibilité d'obtenir une large gamme de propriétés en fonction des caractéristiques des phases constituantes, en particulier, la permittivité effective [5]. Cette dernière est une fonction complexe qui dépend essentiellement de la forme des hétérogénéités, leur répartition dans la matrice, leur concentration et leur orientation vis-à-vis du champ électrique externe. Cependant, les limitations des modèles empiriques (lois de mélange) à prédire le comportement des composites hétérogènes très denses ouvrent la voix aux simulations numériques afin de mener des études plus précises [1]. L'introduction des méthodes du calcul numérique de type différences finies dans le domaine temporel (FDTD), éléments finis (FE), Monte Carlo etc..., a permis d'obtenir des résultats numériques qui contribuent premièrement à l'acceptation ou le rejet de telle ou telle loi de mélange, deuxièmement à indiquer l'amélioration à apporter aux modèles analytiques existants ou encore à développer de nouvelles lois semi-empiriques.

Le cadre de notre travail ne se limite pas seulement à la simulation de matériaux composites aléatoires et périodiques en quasi-statique, mais s'étend aux simulations micro-ondes associées à une nouvelle technique de caractérisation des matériaux diélectriques. Cette

technique a été validée numériquement et expérimentalement. Signalons que le concept du milieu effectif ne reste valable que si la taille moyenne des inclusions est très inférieure devant la longueur d'onde.

Dans le premier chapitre de ce travail, nous rappelons la définition de la permittivité diélectrique complexe et l'origine des pertes diélectriques, ainsi qu'au modèle de relaxation diélectrique de Debye. Nous ferons appel aussi aux différentes lois de mélange. Du côté caractérisation diélectrique, nous proposons d'abord un tour d'horizon sur les techniques micro-ondes existantes pour la détermination de la permittivité relative complexe des matériaux. Une description générale des outils numériques utilisés pour le calcul de la permittivité effective de matériaux composites a été introduite. Ces outils sont la méthode des différences finies dans le domaine temporel (FDTD) et la méthode des éléments finis (FE).

Le deuxième chapitre est consacré au développement de deux nouvelles techniques de caractérisation micro-onde des matériaux diélectriques non magnétiques. Ces techniques sont basées sur des mesures en guide d'onde rectangulaire. La première méthode est en transmission/réflexion (T/R) permettant de mesurer la permittivité relative complexe d'un ensemble de matériaux diélectriques. Cette technique est bien adaptée aux mesures avec ou sans calibrage de l'analyseur de réseau vectoriel. La deuxième méthode est en réflexion seule, permettant de caractériser des échantillons diélectriques à faible épaisseur en guide d'onde rectangulaire court-circuité. Les deux techniques sont itératives et ne nécessitent qu'un seul échantillon. Nous validerons la technique en T/R numériquement et expérimentalement en bandes X [8.2-12.4] GHz et Ku [12.4-18] GHz.

Le troisième chapitre présente différents résultats de simulation de composites granulaires par la méthode FDTD bidimensionnelle (2D). Les résultats sont comparés avec les lois de mélange et avec des mesures expérimentales présentes dans la littérature. Via la FDTD-2D, la permittivité effective de composites granulaires est déterminée à partir de leurs images réelles en quasi-statique et en micro-onde. Celle-ci est calculée à partir du coefficient de réflexion de l'onde électromagnétique sur la section du matériau composite.

Dans le quatrième chapitre de ce mémoire, l'étude a été consacrée à la simulation par la méthode des éléments finis de matériaux composites périodiques en 3D et aléatoires en 2D. Les résultats obtenus sont exploités pour le développement d'un nouveau modèle mathématique semi-empirique modélisant des composites périodiques à inclusions cylindriques, et aussi, pour la conception d'un matériau composite aléatoire absorbant des ondes électromagnétiques dans une large bande fréquentielle [8.2-40] GHz.

Enfin, une conclusion résume les faits proéminents obtenus dans cette étude.

Chapitre I

Etat de l'art sur la caractérisation de matériaux composites

I.1. Introduction

L'étude des propriétés électromagnétiques de matériaux composites via les modèles analytiques ou les méthodes numériques est primordiale durant la phase de conception de ces systèmes hétérogènes [1]. Le calcul de la réponse diélectrique des matériaux composites est devenu une thématique majeure dans la science des matériaux et les axes de recherche relatés. Plusieurs modèles analytiques ont été proposés dans la littérature pour décrire le comportement macroscopique des matériaux composites. Ces modèles sont basés sur une approche quasi-statique, caractérisée par l'interaction du champ électromagnétique à grande longueur d'onde avec les hétérogénéités des matériaux composites. Généralement, la propagation d'une onde électromagnétique dans une structure hétérogène est compliquée à décrire analytiquement. Cependant, les limitations et la divergence entre les modèles analytiques (lois de mélange) apparaissent clairement si le matériau composite devient plus dense et les hétérogénéités sont dispersées aléatoirement dans la matrice. Ces lois ne tiennent pas en compte les phénomènes d'interaction entre les inclusions (hétérogénéités). Dès lors, elles ne sont valides que dans la limite diluée dans la majorité des cas.

Afin de mener des études plus précises, l'introduction des outils de calcul numérique de type différences finies dans le domaine temporel FDTD, Éléments finis FE, etc., a permis de déterminer le champ local en tout point du matériau, et par la suite, la permittivité effective du matériau composite. Dans la littérature, plusieurs résultats originaux permettent d'optimiser la structure hétérogène en fonction de l'application considérée. De plus, les méthodes numériques permettent de prédire le comportement de nouveaux matériaux composites desquels la réalisation est coûteuse ou n'est pas actuellement disponible.

Du côté caractérisation expérimentale, nous proposons dans ce chapitre un tour d'horizon sur les techniques de caractérisation micro-onde des matériaux diélectriques. Ces techniques sont valides pour les matériaux homogènes aussi bien que pour les matériaux composites, à condition que la taille des hétérogénéités soit très inférieure devant la longueur

d'onde pour que la notion du milieu effectif prenne tout son sens et pour que la description de la réponse diélectrique de l'hétérostructure par une moyenne effective soit représentative. Le choix de la méthode de caractérisation est influencé par la bande fréquentielle désirée, la taille de l'échantillon, la taille des hétérogénéités, l'état de la matière (solide, liquide ou poudre).

Tous les concepts qui seront rappelés très brièvement dans ce chapitre seront les bases de nos contributions à la modélisation des matériaux composites aléatoires et périodiques par la méthode des éléments finis (FE) et la méthode des différences finies dans le domaine temporel (FDTD), ainsi qu'aux techniques de caractérisation diélectrique micro-onde.

I.2. Propriétés électromagnétiques intrinsèques des matériaux

La réponse d'un milieu matériel homogène et isotrope à un champ électromagnétique macroscopique dépend étroitement de ses propriétés intrinsèques. Ces propriétés peuvent être décrites par les équations de Maxwell listées ci-après :

$$\nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (\text{I.1})$$

$$\nabla \times \vec{H} = -\frac{\partial \vec{D}}{\partial t} + \vec{J} \quad (\text{I.2})$$

$$\nabla \cdot \vec{D} = \rho \quad (\text{I.3})$$

$$\nabla \cdot \vec{B} = 0 \quad (\text{I.4})$$

Avec les relations constitutives suivantes :

$$\vec{D} = \epsilon^* \vec{E} \quad (\text{I.5})$$

$$\vec{B} = \mu^* \vec{H} \quad (\text{I.6})$$

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \text{ (milieu conducteur)} \quad (\text{I.7})$$

Où

- $\vec{J}$ est la densité de courant
- $\vec{E}$ est le champ électrique

- $\vec{D}$ est l'induction électrique
- $\vec{H}$ est le champ magnétique
- $\vec{B}$ est l'induction magnétique
- ρ est la densité volumique des charges
- ε^* est la permittivité complexe absolue du milieu
- μ^* est la perméabilité complexe absolue du milieu
- σ est la conductivité du milieu

D'après les équations (I.1) à (I.7), les paramètres : ε^* , μ^* et σ , nommés respectivement permittivité absolue, perméabilité absolue et conductivité, déterminent la réponse du matériau à un champ électromagnétique. Ces paramètres déterminent aussi la distribution spatiale d'un champ pénétrant un milieu matériel et la manière dont l'énergie micro-onde est transportée à travers le matériau à une fréquence donnée.

Ces paramètres constitutifs sont à la base d'autres paramètres électromagnétiques qui déterminent les propriétés des matériaux. Ils sont intrinsèques, ne dépendant en aucun cas à la géométrie et ils peuvent présenter toute sorte de matériaux : diélectriques, conducteurs, semi-conducteurs, magnétiques et artificiels. D'autres paramètres comme la constante de propagation (γ), l'impédance d'onde (Z) et l'indice de réfraction (η) sont dérivés de ε^* , μ^* et σ dont les expressions sont très connues.

Vu que la majorité des matériaux sont non-magnétiques, on ne considère dans ce rapport de thèse que les matériaux diélectriques ($\mu_r=1$ et $\varepsilon_r \geq 1$).

I.3. Milieux diélectriques

I.3.1. Introduction

D'un point de vue électrique, un matériau diélectrique est un milieu qui peut être polarisé par application d'un champ électrique. Les matériaux diélectriques non magnétiques sont capables de stocker l'énergie électrique quand le champ électrique y accède. Cette aptitude d'accès en profondeur est caractérisée par leur permittivité diélectrique ε . Dans le cadre de la théorie de la réponse linéaire, lorsqu'un matériau diélectrique est soumis à un champ électromagnétique, l'induction électrique résultante est liée au champ électrique par une relation proportionnelle à ε . Du même, l'induction magnétique résultante est liée au champ magnétique à l'aide de la perméabilité μ dont elle est égale à l'unité en cas des matériaux diélectriques non magnétiques. ε et μ sont des grandeurs complexes tensorielles. Les parties

réelles de ε et μ caractérisent la capacité du matériau à stocker l'énergie sous forme électrique et magnétique, et leurs parties imaginaires sont liées aux pertes énergétiques.

Les matériaux diélectriques idéaux sont des matériaux qui ne possèdent plus de charges libres. Les charges de signes opposés dans les atomes, molécules et particules du diélectrique sont liées. Par application du champ électrique non ionisant, ces charges liées subissent de légers déplacements élastiques. Les charges positives se déplacent vers la direction conforme à celle du champ et les charges négatives dans la direction opposée, ce qui crée une polarisation du matériau diélectrique. Si le diélectrique est composé de molécules faiblement liées, elles ne sont pas seulement polarisées mais elles sont réorientées de telle sorte à ce que leur axe de symétrie soit aligné au champ.

Les matériaux diélectriques réels présentent une faible conductivité (charges libres provenant des impuretés). Cette conductivité est détectable surtout aux très basses fréquences. Cependant, la polarisation et la conductivité induisent des pertes diélectriques qui dépendent de la fréquence du champ, de la température et de la structure du diélectrique surtout en cas de matériaux composites diélectriques.

Les diélectriques non magnétiques à très faible tangente des pertes étant de bons isolants électriques et thermiques, ils sont donc utilisés pour gainer les câbles électriques afin d'éviter des contacts avec d'autres câbles ou des personnes. Les diélectriques sont utiles dans les condensateurs. On insère ainsi des couches de diélectriques dans les condensateurs industriels, ce qui permet d'augmenter la capacité en diminuant l'encombrement. Aussi, si on la soumet à un champ électrique suffisamment puissant, toute substance s'ionisera et deviendra conductrice. Les diélectriques étant plutôt difficiles à ioniser, l'air ambiant devient conducteur avant eux, on peut les employer pour des condensateurs à haute tension. La plupart des diélectriques sont également transparents dans de larges gammes de fréquences, et sont parfois utilisés pour constituer des matériaux absorbants des ondes électromagnétiques communément reconnus par les RAM (Radar Absorbent Materials).

Dans ce qui suit, nous rappelons brièvement quelques éléments importants qui décrivent les phénomènes de polarisation pour les milieux diélectriques linéaires.

I.3.2. Phénomènes de polarisation

La polarisation est une grandeur physique macroscopique utilisée dans l'étude des propriétés des matériaux diélectriques. Son unité dans le système international est le C/m^2 . Elle est typiquement définie par la réponse du matériau à l'application d'un champ électrique externe. Cette réponse est caractérisée par le mouvement des porteurs de charges et par la réorientation des dipôles à l'intérieur du matériau. L'effet de ces mouvements est appelé

polarisation induite. L'effet de la polarisation diélectrique avait été découvert par Michael Faraday en 1837 alors qu'il étudiait le comportement des isolants électriques dans des champs électrostatiques. Brièvement, on distingue quatre types de polarisation (Tableau I.1) : électronique, ionique (atomique), dipolaire (d'orientation) et interfaciale. Ces quatre types de polarisation peuvent être classifiés en deux groupes selon leurs caractères : la polarisation élastique (ou de résonance) et la polarisation de relaxation. La polarisation totale est alors la somme des différents types de polarisation [1,2].

- **Polarisation électronique** : elle existe dans tous les matériaux diélectriques sans exception. Elle présente des oscillations des orbites électroniques externes par rapport au noyau sous l'influence du champ électrique externe. Du fait de la faible masse des électrons, la déformation des orbites est élastique. La polarisation électronique s'établit en quelques 10^{-15} s, c'est-à-dire qu'elle est indépendante de la fréquence jusqu'à l'ultraviolet.

- **Polarisation ionique (ou atomique)** : résulte du mouvement des atomes liés par des liaisons ioniques. Ce type de polarisation s'établit plus lentement que la polarisation électronique et dépend des forces de liaisons ioniques mutuelles. La polarisation ionique est élastique, ne provoquant pas des pertes d'énergie et disparaît si le champ est supprimé. Typiquement, cette polarisation s'établit en quelques 10^{-13} s, soit dans le domaine de l'infrarouge.

- **Polarisation dipolaire (ou d'orientation)** : consiste à la réorientation, par application d'un champ électrique, des molécules possédant des entités ayant un moment dipolaire permanent. La structure de ces molécules est asymétrique : le centre de gravité résultant de toutes les charges négatives d'une telle molécule ne coïncide pas avec celui de toutes ses charges positives (la molécule est un dipôle électrique). Dans le phénomène de relaxation, dont la polarisation dipolaire fait partie, le changement d'orientation des molécules n'est plus instantané, mais avec un certain retard (relaxation) par rapport aux changements du champ électrique externe. Ce retard τ est le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre. Il est responsable des pertes diélectriques représentées par la partie imaginaire de la permittivité. τ dépend de la température et de la force des interactions entre les molécules devant se réorienter. Ce type de polarisation apparaît à des fréquences plus inférieures correspondantes au domaine des micro-ondes.

- **Polarisation interfaciale (ou de type Maxwell-Wagner)** : elle est due à l'accumulation des charges aux interfaces de deux milieux différents. Ce type de polarisation s'observe aux très basses fréquences en dessous de 10^8 Hz.

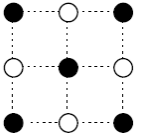
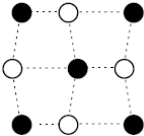
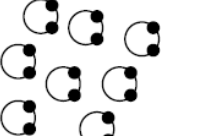
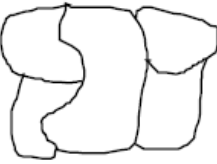
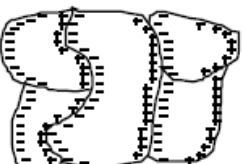
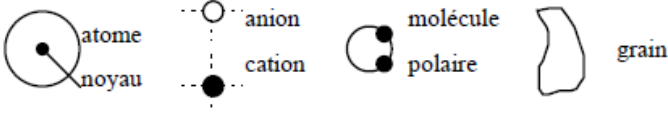
	Type de polarisation	$\vec{E} = \vec{0}$	$\vec{E} \neq \vec{0}$
Polarisation élastique	Electronique		
	Ionique		
Polarisation de relaxation	Dipolaire		
	Interfaciale		
			

Tableau I. 1. Différents types de polarisation [1]

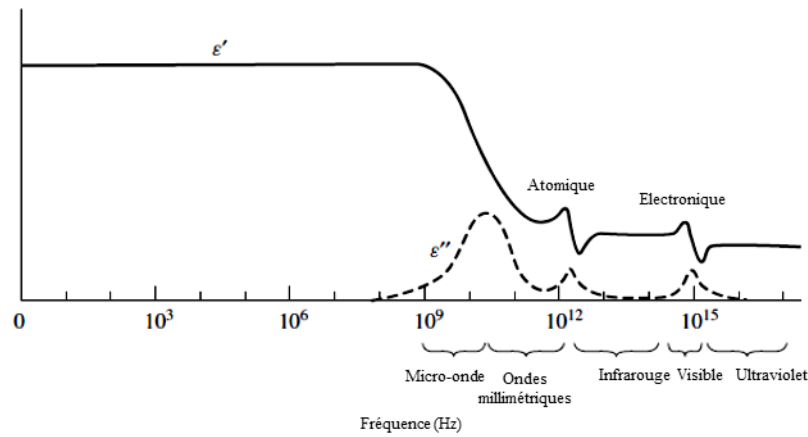


Figure I. 1. Variation de la permittivité diélectrique en fonction de la fréquence en correspondance avec les différents processus de polarisation [3]

La figure I.1 résume la variation de la permittivité diélectrique en fonction de la fréquence en correspondance avec les différents processus de polarisation.

I.3.3. Permittivité complexe et pertes diélectriques

La permittivité complexe ε^* est un paramètre intrinsèque qui décrit l'interaction d'un milieu avec un champ électrique externe. Cependant, la permittivité d'un matériau caractérise la polarisabilité électrique des molécules ou atomes constituant le matériau. Pratiquement, la permittivité est normalisée par rapport à un milieu de référence et elle est connue sous le nom de la permittivité relative :

$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon^*}{\varepsilon_0} = \varepsilon_r' - j\varepsilon_r'' \quad (\text{I.8})$$

$\varepsilon_0 = 8.854 \cdot 10^{-12} \text{ [F/m]}$ est la permittivité du vide ou de l'air.

Généralement, la permittivité relative ε_r est un tenseur dont chaque terme dépend de la position dans le matériau, de la fréquence du champ appliqué, de la température, de l'humidité et d'autres paramètres. Dans le cas d'un milieu homogène et isotrope, la relation du champ électrique $\vec{E}$ et l'induction $\vec{D}$ à la permittivité relative est très simple :

$$\vec{D} = \varepsilon_r \varepsilon_0 \vec{E} \quad (\text{I.9})$$

Où ε_r se réduit à un scalaire.

Connaissions la partie réelle et la partie imaginaire de la permittivité complexe ainsi que le champ électrique $\vec{E}$, la puissance dissipée et l'énergie électrique emmagasinée dans le matériau s'écrivent respectivement par :

$$P_d = \frac{\varepsilon_0}{2} \int_v \omega \varepsilon_r'' |E|^2 dv \quad (\text{I.10})$$

$$W_e = \frac{\varepsilon_0}{2} \int_v \varepsilon_r' |E|^2 dv \quad (\text{I.11})$$

ε_r' est responsable de l'énergie électromagnétique stockée et $\omega \varepsilon_r''$ contribue à la dissipation d'énergie : des pertes par absorption et par diffusion. Ces pertes sont dues au travail nécessaire à l'établissement de la polarisation et à la conduction ohmique résiduelle σ du diélectrique [4].

Le facteur de dissipation diélectrique est égal au quotient $\varepsilon_r''/\varepsilon_r'$. Ce quotient est appelé tangente de l'angle de perte ou $\tan(\delta) = \varepsilon_r''/\varepsilon_r'$, δ est l'angle complémentaire du déphasage entre la tension appliquée au diélectrique et le courant qui en résulte. Généralement, deux graphes sont utilisés pour représenter la partie réelle et la partie imaginaire de la permittivité complexe en fonction de la fréquence.

I.3.4. Paramètres de relaxation diélectrique et modèle de Debye

Si un champ électrique $\vec{E}$ est appliqué à un milieu diélectrique, tous les dipôles tendent à s'orienter dans la direction du champ, de façon à diminuer l'inertie potentielle du système. Toutefois, les molécules étant en interaction thermique, l'agitation moléculaire tend à s'opposer à l'orientation du dipôle dû au champ [5]. Le passage de l'état non polarisé en absence du champ électrique externe à l'état polarisé en équilibre avec le champ n'est qu'un phénomène instantané. Un certain retard de l'établissement de la polarisation se manifeste à cause de l'inertie du mouvement des dipôles. Ce phénomène est appelé relaxation diélectrique.

Aux très basses fréquences (en quasi-statique), la polarisation du matériau suit parfaitement le champ électrique alternatif, ce qui fait que la constante diélectrique est à sa valeur maximale et les pertes diélectriques sont presque nulles [1]. Aux fréquences très élevées (fréquences optiques), le champ alterne trop vite que la polarisation puisse augmenter et la constante diélectrique a une valeur réelle. Aucune perte d'énergie dans le matériau n'est observée [6]. Cette permittivité aux fréquences optiques est due à la polarisation électronique et ionique et elle est aussi dépendante de la température. Mais à une fréquence entre les deux extrêmes, la polarisation prend du retard par rapport au champ électrique, d'où une dissipation d'énergie. Cependant $\tan(\delta)$ atteint sa valeur maximale à une fréquence $f_{\max}$ liée au temps de relaxation τ par la relation :

$$\tau = \frac{1}{2\pi f_{\max}} \quad (\text{I.12})$$

Dans cette optique, plusieurs modèles empiriques ont été proposés afin de modéliser la représentation du phénomène de la relaxation diélectrique. Tous ces modèles ont trois paramètres communs qui décrivent idéalement le comportement d'un matériau.

- Permittivité statique ε_s
- Permittivité aux très hautes fréquences ε_∞
- Constante de relaxation τ

Modèle de Debye

Ce modèle à temps de relaxation unique peut être appliqué dans la majorité des cas et il est explicité par l'expression de la permittivité relative complexe suivante [7,8]:

$$\varepsilon_r(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + j\omega\tau} \quad (\text{I.13})$$

Où ω est la pulsation angulaire et τ le temps de relaxation qui dépend, en plus de la fréquence, de la viscosité du milieu, des masses moléculaires et de la température. La relation de Debye (I.13) peut être séparée en ses parties réelle et imaginaire :

$$\varepsilon_r'(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (\text{I.14})$$

$$\varepsilon_r''(\omega) = \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (\omega\tau)^2} (\omega\tau) \quad (\text{I.15})$$

La figure I.2 présente la variation de ces grandeurs en fonction de la fréquence pour l'eau distillée ($\varepsilon_s=78.5$; $\varepsilon_\infty=5.2$; $\tau=8.3\text{ps}$) à 25°C [9].

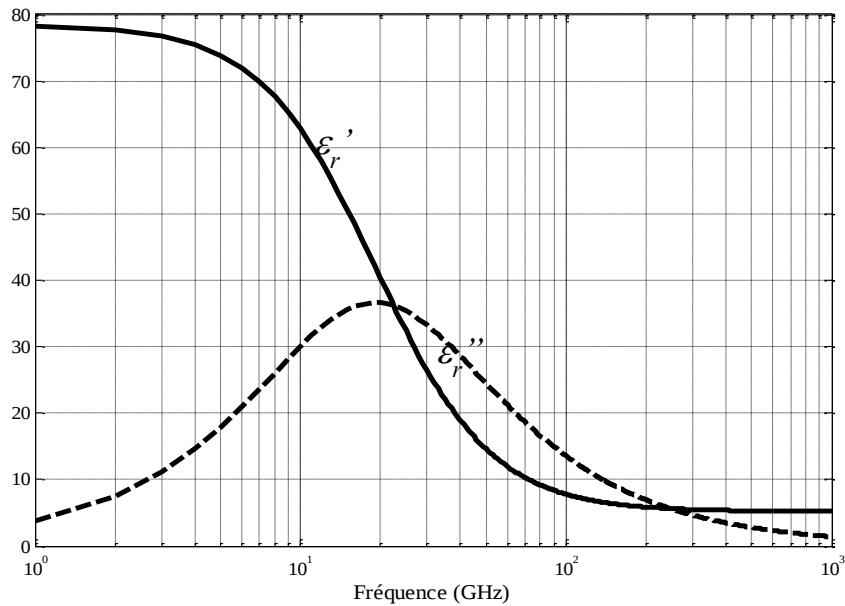


Figure I. 2. Variation de la permittivité relative complexe de l'eau distillée en fonction de la fréquence

Il faut cependant se rappeler que le modèle de Debye a été établi spécialement pour le cas de la relaxation dipolaire. Alors que les diélectriques (cas des matériaux macromoléculaires et composites), se caractérisent par plusieurs temps de relaxation. Pour cela, des chercheurs comme Cole-Cole [10,11], Cole-Davidson [12] ou encore Havriliak-Negami [13,14] introduisent des exposants empiriques qu'on peut considérer comme des paramètres de correction sur le modèle Debye pour expliquer la déviation des résultats expérimentaux. En littérature, plusieurs modèles ont été proposés pour modéliser la dépendance du temps de relaxation τ à la température. On peut citer le modèle Arrhenius [15] et le modèle de Vogel-Fulcher et Tammann [16,17].

I.3.5. Interaction du champ électromagnétique à l'interface de deux milieux diélectriques

Nous introduisons dans ce paragraphe les mécanismes de réflexion et de transmission de l'onde électromagnétique lors du passage à l'interface de deux milieux diélectriques supposés linéaires, homogènes et isotropes. D'un point de vue optique, on étudie le comportement d'une onde électromagnétique plane, progressive à incidence normale. Les deux milieux 1 et 2 ont des indices optiques respectifs : $n_1 = \sqrt{\epsilon_{r1}}$ et $n_2 = \sqrt{\epsilon_{r2}}$, d'où l'utilité des paramètres intrinsèques des milieux dans l'étude du transport électromagnétique.

Sur la figure I.3, nous avons deux transitions milieu 1 / milieu 2. La deuxième transition étant négligée en raison de simplicité dans ce cas et notre attention est focalisée sur la première transition. L'onde électromagnétique à incidence normale venant de la gauche confronte la première transition. Comme il est montré sur la figure I.3, une onde est transmise dans le matériau et une autre est réfléchiée. Cette réflexion de l'onde est due à la différence d'impédance d'onde dans l'air (milieu 1) et dans le matériau (milieu 2), ce qu'on appelle la désadaptation d'impédance. Dans le matériau, la vitesse est plus lente et la longueur d'onde est plus courte selon les équations ci-dessous :

$$Z = \frac{\eta}{\sqrt{\epsilon_r}} \quad (\text{I.16})$$

$$\eta = Z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = 120\pi \quad (\text{I.17})$$

$$\lambda = \frac{\lambda_0}{\sqrt{\epsilon_r}} \quad (\text{I.18})$$

$$v = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r}} \quad (\text{I.19})$$

Avec :

Z_0 : L'impédance d'onde en espace libre

Z : L'impédance d'onde dans le matériau (milieu 2)

λ_0 : La longueur d'onde en espace libre

λ : La longueur d'onde dans le matériau

c : La célérité

v : La vitesse dans le matériau

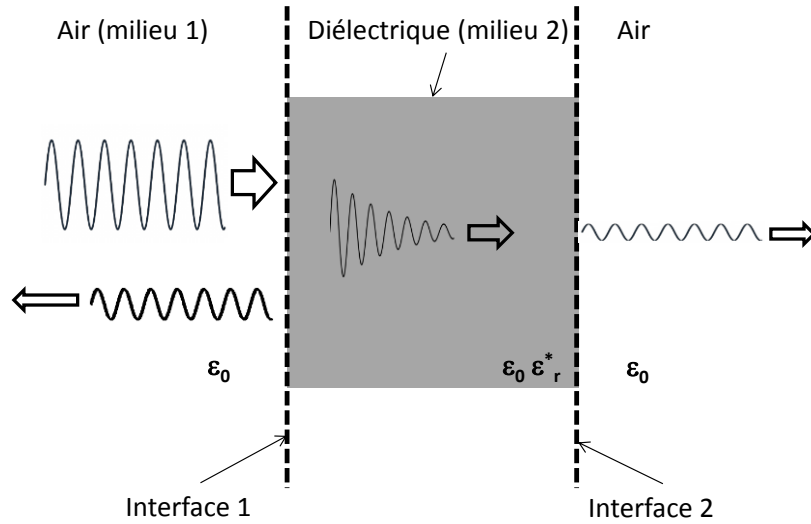


Figure I. 3. Interaction de l'onde électromagnétique à l'interface Air / Matériau diélectrique

Dans l'hypothèse où les deux milieux sont sans charges volumiques, ni surfaciques, ni courants, les coefficients de réflexion et de transmission en fonction des indices optiques sont respectivement :

$$r = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} \quad (\text{I.20})$$

$$t = \frac{2n_1}{n_1 + n_2} \quad (\text{I.21})$$

On définit respectivement les pouvoirs réflecteur et transmetteur de l'interface comme la portion d'énergie réfléchie / transmise par l'interface :

$$R = \frac{P_r}{P_i} = r^2 = \left(\frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} \right)^2 \quad (I.22)$$

$$T = \frac{P_t}{P_i} = \frac{n_1}{n_2} t^2 = \frac{4n_1 n_2}{(n_1 + n_2)^2} \quad (I.23)$$

Dans l'hypothèse où il n'y a aucune perte, on retrouve tout à fait logiquement $R+T=1$. Notons que si l'incidence varie, les résultats changent considérablement.

I.3.6. Autres propriétés macroscopiques des matériaux

En plus des paramètres macroscopiques discutés ci-dessus, dans le domaine de la recherche et d'ingénierie des matériaux, d'autres propriétés macroscopiques sont souvent employées pour décrire les matériaux. Quelques propriétés sont listées ci-après :

- Matériaux linéaires et non-linéaires.
- Matériaux isotropes et anisotropes.
- Matériaux homogènes et composites.

a. Matériaux linéaires et non-linéaires

Les matériaux linéaires réagissent de façon linéaire suite à l'application externe des champs électriques et magnétiques. Dans les techniques de caractérisation de matériaux diélectriques, on suppose toujours que les champs sont faibles et les matériaux montrent des réponses linéaires. Les champs électriques et magnétiques sont dans la gamme où ils ne peuvent pas altérer les propriétés électromagnétiques du matériau sous test (MST). Toutefois, certains matériaux présentent des propriétés non-linéaires même aux champs faibles comme le cas des matériaux ferromagnétiques et supraconducteurs à haute température.

Dans ce rapport de thèse, on ne considère que les techniques de caractérisation présentées dans le deuxième chapitre traitant des champs faibles pour que l'hypothèse d'un matériau linéaire reste valide.

b. Matériaux isotropes et anisotropes

Les propriétés macroscopiques d'un matériau isotrope sont les mêmes dans toutes les orientations, afin qu'elles puissent être représentées par des scalaires ou des nombres

complexes. Cependant, les propriétés macroscopiques d'un matériau anisotrope ont la dépendance en orientation. Elles sont généralement représentées par des tenseurs ou des matrices. Certains cristaux sont anisotropes en raison de leurs structures cristallines [18,19]. La présente thèse traite uniquement les systèmes des matériaux isotropes.

c. Matériaux homogènes et composites

Un matériau homogène ou monolithique est un milieu avec un seul constituant ou lorsque les portions sont identiques entre elles. Ce qui revient au même, les paramètres constitutifs sont les mêmes dans tout le volume du matériau considéré. Ce concept est à ne pas confondre avec les concepts de l'anisotropie / isotropie où les paramètres du matériau présentent la dépendance / indépendance à l'orientation du champ électrique et non pas à la distribution spatiale. Les matériaux composites ou matériaux hétérogènes sont constitués par l'association ou l'assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles mais ayant une forte capacité d'adhésion [20,21,22,23,24]. Nous aborderons d'une manière générale dans la section consacrée aux matériaux composites, les différents types (aléatoires ou périodiques) ainsi que les modèles d'homogénéisation en cas d'applicabilité de l'approche du milieu effectif.

I.3.7. Connaissance de la permittivité complexe et domaines d'application

La permittivité complexe est un paramètre intrinsèque lié à la constitution moléculaire du matériau. Un changement moléculaire implique bien évidemment un changement dans la permittivité mesurée. Ceci a trouvé application dans différents secteurs industriels. Par exemple, la constante diélectrique est une information essentielle sur le matériau employé lors de la conception des condensateurs, les réactions chimiques peuvent être surveillées, la biomasse peut être mesurée lors de la fermentation, les mesures de la permittivité permettent aussi de détecter la présence des tumeurs cancéreuses, le taux d'humidité peut être contrôlé en temps réel. Ci-après une liste de propriétés des matériaux liées aux propriétés diélectriques :

- Teneur en eau
- Densité apparente
- Teneur en bactéries
- Réaction chimique
- Contraintes mécaniques
- Concentration
- Cohérence

Ainsi que d'autres propriétés physiques, chimiques ou biologiques.

Les matériaux diélectriques sont utilisés dans les lignes de transmission radio fréquence. Dans un câble coaxial, le polyéthylène peut être employé entre le conducteur central et le blindage

extérieur. Il peut également être placé à l'intérieur des guides d'ondes pour réaliser des filtres. Les fibres optiques sont des exemples de guides d'ondes diélectriques. Elles sont constituées de matériaux diélectriques volontairement dopés par des impuretés de manière à avoir une valeur précise de la permittivité à l'intérieur de la section transversale. Ceci contrôle l'indice de réfraction du matériau et par conséquent les modes optiques de transmission. La conception et la réalisation des matériaux diélectriques absorbants des ondes électromagnétiques se basent essentiellement sur la connaissance de la permittivité complexe [21,25,26]. Ce genre de matériaux qui sera l'objet d'étude du dernier chapitre, trouve ses applications dans les domaines civils et militaires. Les matériaux composites granulaires [27] ou encore les matériaux nano-composites [28] offrent la possibilité d'ajuster la valeur de la permittivité complexe afin d'obtenir un excellent absorbant. La fabrication de ces matériaux artificiels s'avère un moyen pour surmonter les problèmes causés par les interférences et la compatibilité électromagnétiques. En plus, ce type de matériaux est très utilisé pour le revêtement des engins militaires afin de favoriser leur camouflage et réduire leur surface efficace radar [28]. Cependant, les matériaux absorbants provoquent la transformation du rayonnement électromagnétique en chaleur.

La prochaine section de ce chapitre traite l'aspect général des matériaux composites (aléatoires ou périodiques), ainsi que l'approche du milieu effectif. Une étude plus détaillée sur les composites diélectriques fera l'objet des chapitres 3 et 4.

I.4. Matériaux composites et approche du milieu effectif

I.4.1. Introduction

Les matériaux composites ou hétérogènes résultent de l'association d'éléments dont les propriétés sont très différentes et contrastées avec une grande capacité d'adhésion. Généralement, ils sont constitués d'une matrice dans laquelle est inclus un autre constituant appelé renfort. Ils offrent la possibilité de produire une large gamme de matériaux combinant des propriétés électromagnétiques, mécaniques et thermiques. L'étude de ce genre de matériaux a commencé il y a plus qu'un siècle et les études expérimentales / théoriques pour concevoir de nouveaux produits n'ont cessé d'être soutenues. Les applications s'étendent aujourd'hui de l'industrie civile, militaire à l'aérospatiale.

On peut distinguer deux types de composites : les composites de structure ou périodiques [22,23,29,30,31] et les composites aléatoires [20,32,33]. La littérature est très riche par les études expérimentales, théoriques et numériques. Dans les composites périodiques, le renfort est disposé de manière ordonnée dans les différentes directions, contrairement aux matériaux composites aléatoires où le renfort est dispersé d'une façon uniforme et aléatoire. Dans ce

dernier cas de figure, le renfort peut être des particules ou des inclusions métalliques ou des fibres conductrices (exemple : le noir de carbone) dispersées aléatoirement dans une matrice isolante, comme il peut être des particules ferromagnétiques [27,33] ou diélectriques [20]. La figure I.4 présente des exemples d'images de composites périodiques et aléatoires avec différentes formes d'inclusions. On commente les images des matériaux composites de la figure I.4 comme suit : Figures I.4.a et b : composites granulaires virtuels en 2D utilisés dans les simulations [20]. Figure I.4.c : particules sphériques de la poudre de fer [21]. Figure I.4.d : composite poudre de fer / caoutchouc de silicone [21]. Figures I.4.e et f : composites périodiques virtuels en 3D utilisés dans les simulations [22,23]. Figure I.4.g : composite multiphasique renforcé [24].

L'étude des propriétés diélectriques des matériaux composites est fondamentale pour plusieurs applications allant de l'ingénierie des matériaux pour l'électronique jusqu'à la géophysique. De grands efforts ont été déployés pour un meilleur contrôle du comportement physique de la permittivité complexe macroscopique ou effective, qui dépend non seulement de la constitution microscopique de ces structures, mais elle est encore déterminée par la micro-géométrie d'un tel système hétérogène. Il s'agit essentiellement des formes d'inclusions, de leur répartition dans la matrice, de leur orientation par rapport aux contraintes externes (forces électriques, forces mécaniques, ...), et de leur fraction volumique ou concentration. Ainsi, la détermination de la permittivité effective du matériau hétérogène est une fonction très complexe dépendante de tous ces facteurs.

Notre travail porte précisément sur les propriétés diélectriques de matériaux composites périodiques et aléatoires et spécialement sur la permittivité effective complexe.

Pour concevoir de nouveaux matériaux, une analyse de leur comportement à travers leurs paramètres effectifs est nécessaire. Notons aussi que l'approche du milieu effectif n'est valable que si la longueur d'onde est très supérieure à la dimension des inclusions [32,34,35]. La permittivité effective des hétéro-structures est une propriété moyenne dépendante de la topologie interne de telles structures. Cependant, la prédiction des paramètres effectifs des matériaux composites et spécialement la permittivité effective complexe, est un domaine de recherche en pleine expansion. Une variété de théories et de formules pour estimer la permittivité effective sont disponibles en littérature. Citons par exemple la loi de Maxwell Garnett [36], la loi de Bruggeman [38] et encore bien d'autres.

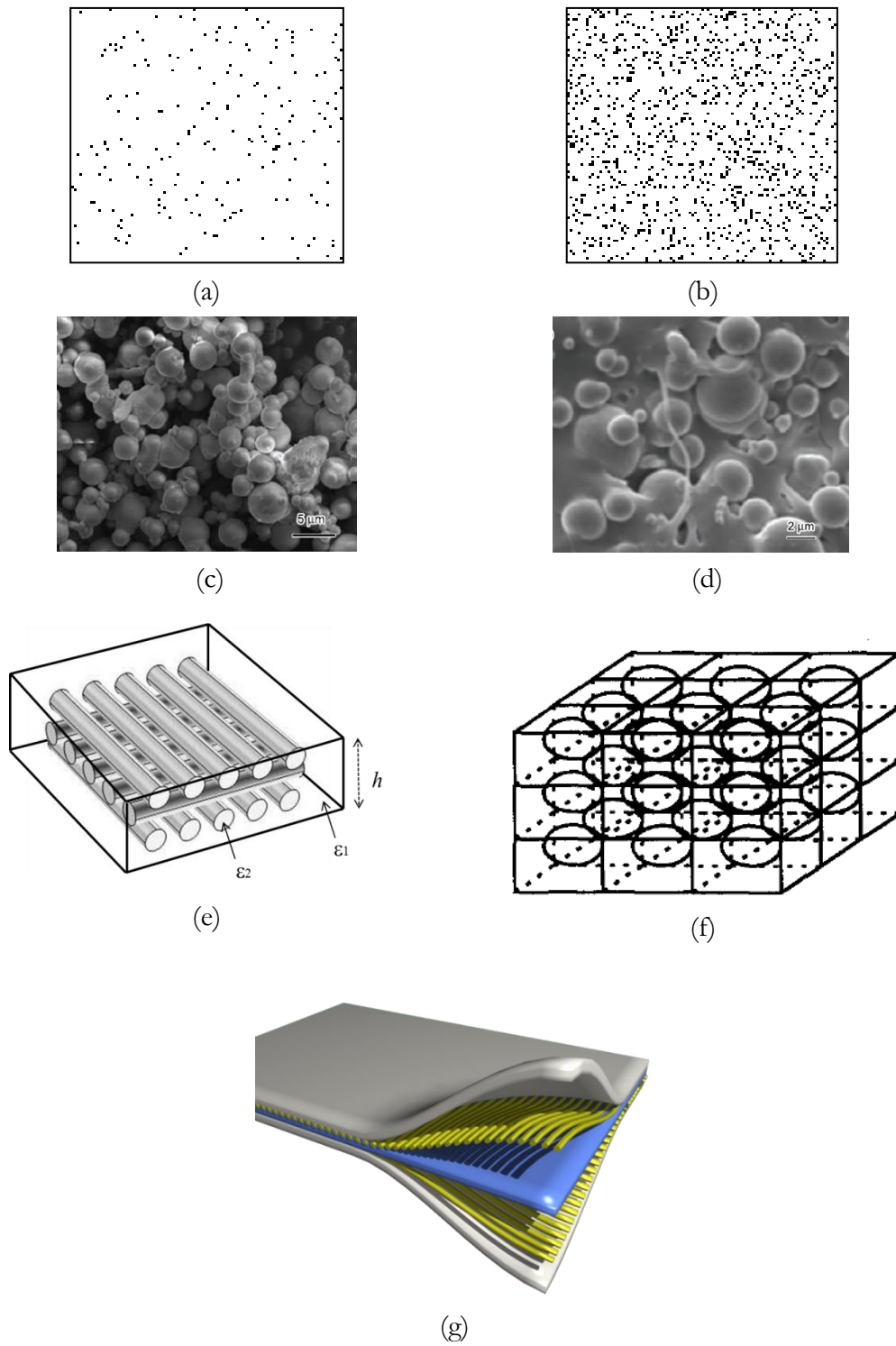


Figure I. 4. *Différents types de composites.*

I.4.1. Approche du milieu effectif et lois de mélange

Dans un milieu homogène, la permittivité est indépendante des variables d'espace, elle garde la même valeur en tout point. Par contre, les milieux hétérogènes sont représentés par une permittivité moyenne (effective). Ceci n'est possible que si la taille des hétérogénéités est petite devant la longueur d'onde du signal (Figure I.5). Cette quantité moyenne est dépendante des propriétés intrinsèques des constituants, de leurs fractions volumiques, de leurs formes géométriques, de leurs tailles, de leurs arrangements vis-à-vis du champ électrique externe, des interactions inter-inclusions en cas de fortes concentrations et aussi, du contraste de permittivité entre le renfort et la matrice.

Dans le cadre de ce travail, on garde toujours l'hypothèse grande longueur d'onde (quasi-statique). Tout se passe comme si l'onde propagatrice dans le matériau composite ne percevait pas les détails du matériau hétérogène. Le milieu peut être considéré comme un milieu homogène caractérisé par une permittivité effective sous la condition suivante :

$$|kd| \ll 1 \quad (I.24)$$

Avec : $k = \frac{\omega}{c} \sqrt{\epsilon^* \mu^*}$ représente le vecteur d'onde associé aux inclusions de permittivité ϵ^* et de perméabilité μ^* ; d définit la taille typique des particules du renfort. A partir de I.24, on peut démontrer que l'approche grande longueur d'onde n'est valide que pour des fréquences angulaires du champ externe inférieures à $\frac{c}{d\sqrt{\epsilon^* \mu^*}}$.

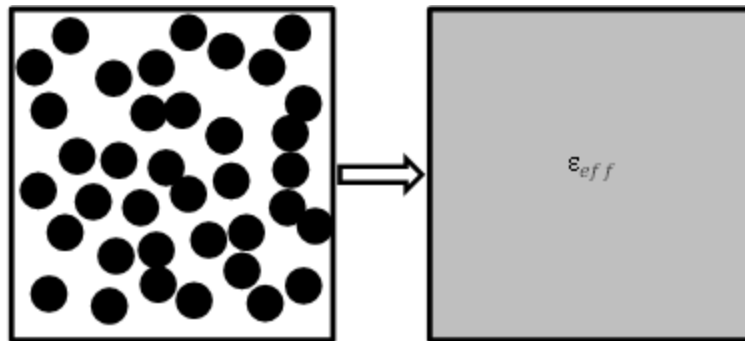


Figure I. 5. Homogénéisation d'une hétérostructure de deux phases. Les inclusions noires de permittivité ϵ_2 sont immergées dans une matrice de permittivité ϵ_1

Cependant, le domaine de validité du concept du milieu effectif est directement lié à la taille des inclusions immergées dans la matrice. Au cas où la taille des inclusions est supérieure à la longueur d'onde, on aura diffusion de l'onde incidente. D'autres méthodes qui prennent en considération le phénomène de diffusion doivent être utilisées pour décrire les propriétés diélectriques des composites [2].

La loi de mélange de Maxwell-garnett (MG) [36] est l'équation la plus populaire qui prédit les propriétés diélectriques des milieux hétérogènes. La théorie de MG est basée sur la polarisation induite par un champ électrique externe et uniforme appliqué à des inclusions sphériques immergées dans une matrice [37].

Pour le cas bidimensionnel (2D) (Figure I.6), la permittivité effective ϵ_{eff} peut être calculée via l'équation suivante :

$$\epsilon_{\text{eff}} = \epsilon_1 + 2f\epsilon_1 \frac{\epsilon_2 - \epsilon_1}{\epsilon_2 + \epsilon_1 - f(\epsilon_2 - \epsilon_1)} \quad (\text{I.25})$$

En cas tridimensionnel (3D) :

$$\epsilon_{\text{eff}} = \epsilon_1 + 3f\epsilon_1 \frac{\epsilon_2 - \epsilon_1}{\epsilon_2 + 2\epsilon_1 - f(\epsilon_2 - \epsilon_1)} \quad (\text{I.26})$$

Avec f est la fraction surfacique et volumique en cas de 2D et 3D respectivement. ϵ_1 et ϵ_2 sont les permittivités de la matrice et des inclusions respectivement. Cette loi assume que les inclusions sont des cylindres infiniment longs en cas du 2D et des sphères isolées en cas du 3D et sans interactions (le rayon est très inférieur devant la distance de séparation).

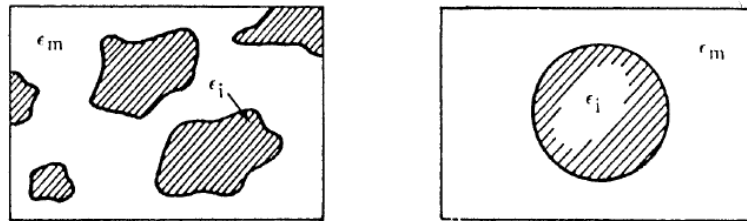


Figure I. 6. La cellule unité représentative du milieu modélisé par la théorie de Maxwell-Garnett [1]

Une autre fameuse loi appelée l'équation symétrique de Bruggeman (BR) [38] dont la formule est la suivante :

$$(1-f) \frac{\epsilon_1 - \epsilon_{eff}}{\epsilon_1 + \epsilon_{eff}} + f \frac{\epsilon_2 - \epsilon_{eff}}{\epsilon_2 + \epsilon_{eff}} = 0 \quad (I.27)$$

Dans le modèle de BR, l'hypothèse de l'existence du matériau hôte ou matrice explicite n'est plus considérée [39,40,41]. Au lieu de cela, les particules d'un composant quelconque d'un matériau sont supposées encastrées dans un milieu effectif de permittivité égale à la permittivité du mélange ϵ_{eff} que l'on essaye de trouver (Figure I.7). Ainsi, ϵ_{eff} doit être déterminée à partir de l'équation I.27.

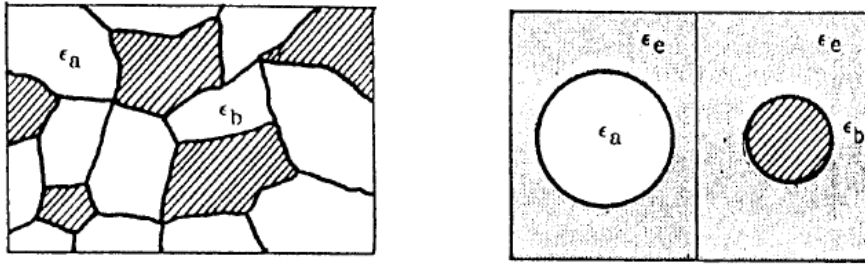


Figure I. 7. Cellule unité de la théorie de Bruggeman [1]

Ces deux lois sont strictement valides pour les cas des particules sphériques et isolées. Une alternative a été proposée par Lichteneker et Rother [42] dont la forme géométrique des inclusions ne joue pas un rôle important dans la détermination du comportement diélectrique macroscopique du mélange. Cette loi est donnée par la relation suivante :

$$\epsilon_{eff}^k = f\epsilon_2^k + (1-f)\epsilon_1^k \quad (I.28)$$

Avec k est une constante comprise entre -1 et 1. Pour $k=\pm 1$, on retrouve les bornes de Wiener [43,44] :

$$\epsilon_{eff,max} = f\epsilon_2 + (1-f)\epsilon_1 \quad (I.29)$$

$$\epsilon_{eff,min} = \frac{\epsilon_1\epsilon_2}{f\epsilon_1 + (1-f)\epsilon_2} \quad (I.30)$$

Les bornes de Wiener représentent des situations où des matériaux stratifiés sont parallèles ou perpendiculaires au champ électrique externe [45]. Pour $k=1/3$, on retrouve l'équation développée par Looyenga [46].

Böttcher [47] a proposé une formule permettant de retrouver la permittivité effective des milieux où la concentration est si élevée. La formule de Böttcher considère que chaque particule est entourée par le mélange plutôt que par un composant. Cette relation a pour expression :

$$\frac{(\varepsilon_{\text{eff}} - \varepsilon_2)}{\varepsilon_{\text{eff}}} = 3f \frac{(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)}{\varepsilon_1} + 2\varepsilon_{\text{eff}} \quad (\text{I.31})$$

Plusieurs modèles existent en littérature. Mais dans le cadre de notre travail, nous sommes intéressés plus spécialement à l'équation de McLachlan (McQ) [48,49]. L'équation de McQ a connue un succès dans la prédiction de la permittivité effective des matériaux composites. Elle est valide pour les faibles et les hautes concentrations des inclusions jusqu'au voisinage du seuil de percolation. Le modèle de McLachlan, appelé aussi l'équation généralisée du milieu effectif, est explicité par l'équation suivante :

$$(1-f) \frac{(\varepsilon_1^{1/s} - \varepsilon_{\text{eff}}^{1/s})}{\varepsilon_1^{1/s} + ((1-f_p)/f_p)\varepsilon_{\text{eff}}^{1/s}} + f \frac{(\varepsilon_2^{1/t} - \varepsilon_{\text{eff}}^{1/t})}{\varepsilon_2^{1/t} + ((1-f_p)/f_p)\varepsilon_{\text{eff}}^{1/t}} = 0 \quad (\text{I.32})$$

Avec f_p est le seuil de percolation des inclusions et f est la fraction volumique. L'équation (I.32) a deux exposants s et t . Ces exposants déterminent le comportement divergent au voisinage du seuil de percolation. Le modèle de McLachlan combine l'approche classique du milieu effectif et la théorie de percolation [50,51]. Dans plusieurs travaux de McLachlan et ses coéquipiers, les valeurs des exposants s et t diffèrent d'un composite à un autre. Par exemple, on trouve $s=0.47$ et $t=4.8$ pour le composite graphite (G) / Boron Nitride (BN) et pour le composite Ni/Air, une valeur plus faible de $t=1.7$ est retrouvée [52]. En accord avec la théorie standard de percolation, t et s dépendent étroitement de la géométrie des inclusions.

Dans le chapitre 4, nous apporterons une modification à l'équation de McLachlan. Il s'agit de considérer l'exposant s une variable en fonction de la fraction volumique et du contraste de permittivité, t étant pris constant. Par interpolation des résultats numériques d'une série de simulations, on déduit l'abaque et le modèle mathématique de s . Ce modèle retrouve les valeurs s de telle sorte que l'équation de McLachlan permet d'aboutir à la valeur de la permittivité effective où les interactions inclusions-inclusions et inclusions-matrice sont prises en compte. Ceci est achevé pour le cas d'un matériau composite périodique à inclusions cylindriques croisées [22].

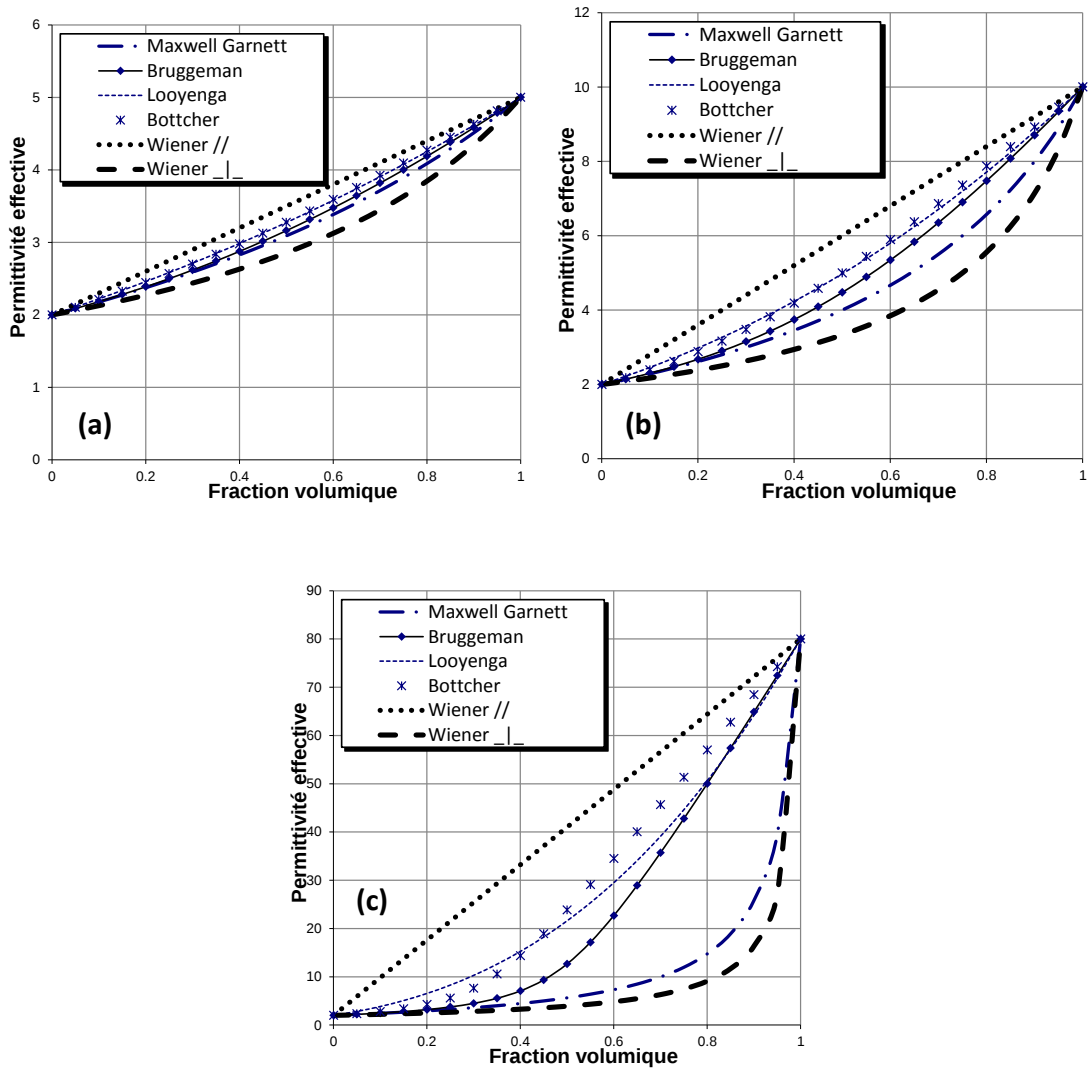


Figure I. 8. Permittivités effectives de trois milieux composites constitués d'une matrice de permittivité $\varepsilon_1=2$ et des inclusions sphériques de permittivités $\varepsilon_2=5, 10$ et 80 pour (a), (b) et (c), respectivement.

De façon générale, et d'après les graphes de la figure I.8, les lois de mélange n'aboutissent à des valeurs plus ou moins précises que pour des cas spécifiques : (1) inclusions sphériques sans contact, (2) faible fraction volumique, (3) faible contraste de permittivité k . Pour des k plus faibles (figure I.8.a), toutes les lois sont quasi-linéaires. Les valeurs des permittivités effectives estimées sont très rapprochées sur tout l'intervalle de la fraction volumique. Mais pour des densités et des contrastes plus élevés (figures I.8 b et c), ces formules prédisent des valeurs différentes de la permittivité effective. Ces valeurs sont comprises entre les bornes de Wiener.

I.4.2. Matériaux composites périodiques

Les matériaux périodiques ou de structure sont des systèmes hétérogènes dont les inclusions sont disposées d'une manière périodique. Cependant, l'étude peut être ramenée à l'étude de la cellule unité, et par conséquent, les ressources nécessaires au calcul sont largement réduites. En littérature, plusieurs articles abordent le problème de calcul de la permittivité effective pour des structures périodiques dont la forme des inclusions allant du simple [23,29,31] au fractale [53]. Par exemple, B. Sareni et ses co-équipiers ont calculés dans [30] la permittivité effective ϵ_{eff} d'un composite périodique sans pertes via la cellule élémentaire. L'inclusion peut prendre des formes géométriques simples (sphère, ellipsoïde, cylindre et disque). Ils ont conclu que ϵ_{eff} est largement affecté par la géométrie et l'arrangement spatial des inclusions vis-à-vis du champ électrique, surtout pour des fractions volumiques supérieures à 40% où les interactions inter-particules deviennent si importantes. Par contre, dans la limite diluée, ϵ_{eff} peut être rapproché par la loi de Maxwell-Garnett, et ce, en quasi-statique. A. Mejdoubi et C. Brosseau ont utilisé la méthode des différences finies dans le domaine temporel en 2D (FDTD-2D) pour calculer la permittivité effective d'une cellule qui contient une seule inclusion de forme géométrique complexe (polygone, fractale). Leurs travaux mènent aux mêmes conclusions que plusieurs travaux de recherche qui montrent la divergence entre les résultats des simulations numériques et ceux obtenus via les lois empiriques du mélange, spécialement aux fortes concentrations des inclusions et aux contrastes de permittivité élevés.

Méthodes numériques de simulations et composites périodiques ouvrent la voie sur un autre axe de recherche en pleine expansion, c'est l'étude des méta-matériaux. Des motifs métalliques à l'échelle du centimètre ou du millimètre disposés périodiquement sur un substrat diélectrique se caractérisent par des paramètres effectifs (perméabilité et/ou permittivité) négatifs à la fréquence de résonance. D'où absorption importante des ondes électromagnétiques dépassant -20dB [54,55]. Ces composites périodiques peuvent trouver de nombreuses applications potentielles allant de l'élément actif dans un détecteur thermique (un bolomètre par exemple) jusqu'à la technologie de la furtivité.

I.4.3. Matériaux composites aléatoires

Par définition, un matériau composite aléatoire est un système hétérogène de deux constituants ou plus dont les inclusions sont dispersées d'une façon aléatoire et uniforme dans la matrice. Du même pour ce genre de matériaux, la forme, la nature intrinsèque et la concentration des inclusions jouent un rôle crucial dans la détermination des paramètres effectifs. En littérature, une multitude de recherches caractérisent expérimentalement plusieurs types de matériaux aléatoires dont la taille des inclusions passe du micromètre (composites

granulaires) au nanomètre (nano-composites). Les composites granulaires dont les inclusions ont un caractère ferromagnétique sont largement utilisés, vu leur grande capacité d'absorption des ondes électromagnétiques [21,25,26,27]. Les nanotubes du carbone est parmi les renforts les plus populaires des nano-composites. Les nano-composites à base du carbone [56,57,58,59] ont permis de tailler des propriétés effectives aux besoins des applications désirées.

Les études numériques des matériaux composites aléatoires n'ont pas abouti jusqu'à présent et d'après notre connaissance à simuler et à prédire exactement le comportement électromagnétique des composites réels. Les interactions inter-particules et particules-matrice ainsi que la dépendance en fréquence, rendent le calcul des paramètres effectifs assez difficile en terme de ressources informatiques et en terme du temps de calcul. Mais plusieurs chercheurs ont tenté avec succès de prédire par simulation le comportement macroscopique (en quasi-statique [37,60] et en micro-onde [20]) des matériaux composites aléatoires via des considérations qui réduisent la demande aux ressources de calcul et de mémoire. Citons par exemple :

- L'étude bidimensionnelle (2D) des disques dispersés aléatoirement dans la matrice. A partir de la distribution du potentiel électrique, la permittivité effective peut être déduite [32,35].
- L'élaboration d'un modèle analytique par interpolation des résultats numériques [22,60].
- L'étude d'une seule inclusion type (ellipsoïde par exemple) avec différentes dispositions spatiales. La permittivité effective globale est la moyenne de toutes les permittivités effectives élémentaires [61].

Les méthodes numériques ne cessent d'évoluer. Elles sont devenues incontournables pour l'étude des propriétés physiques des matériaux composites aléatoires et même pour les structures les plus simples. Ceci est d'autant plus vrai que les modèles analytiques proposés qui jusqu'à présent font tous usages d'approximations qui limitent leur validité. Leur transférabilité et leur universalité posent également un problème non résolu.

I.5. Techniques de caractérisation micro-onde des matériaux : Tour d'horizon

I.5.1. Introduction

Les techniques de caractérisation micro-onde des matériaux sont avant tout des techniques et des méthodes de mesure des propriétés électromagnétiques de ces matériaux,

généralement, en fonction de la fréquence. Les différentes méthodes de mesure et de caractérisation des matériaux composites, homogènes, naturels, aléatoires ou périodiques constituent une étape primordiale dans toute conception basée sur la connaissance des propriétés intrinsèques ou effectives de ces milieux. Leurs permittivités et perméabilités peuvent être positives ou négatives

De nombreuses méthodes existent et seront rappelées brièvement dans cette section. En effet, l'application des matériaux dans les micro-ondes, l'aérospatial et dans les télécommunications exige une connaissance précise de ces milieux tel que la permittivité et la perméabilité complexes. Les domaines de recherche actifs comme la science des matériaux, l'ingénierie électrique et électronique [18] ont besoin nécessairement d'informations à propos de la permittivité et de la perméabilité pour développer de nouveaux matériaux micro-onde.

Dans la conception des matériaux absorbants des ondes électromagnétiques, la permittivité et la perméabilité complexes sont les paramètres fondamentaux qui doivent être pris en compte avant tout. En outre, la caractérisation des matériaux est un enjeu important dans de nombreuses applications industrielles, et les techniques de caractérisation micro-onde sont nombreuses en littérature. Chaque technique a ses avantages et ses limites. Plusieurs facteurs influencent sur le choix de la technique pour l'obtention de l'information désirée sur le matériau sous test. Par exemple, la bande fréquentielle, la taille de l'échantillon, la caractérisation en contact ou sans contact, l'état de la matière (solide, liquide ou poudre), etc..., sont les facteurs majeurs à tenir en considération lors du choix de la technique. En général, les méthodes micro-ondes peuvent être classées en trois catégories :

- Techniques en espace libre.
- Techniques de perturbation ou de cavité.
- Techniques des lignes de transmission.

Les méthodes en espace libre sont employées lorsque l'échantillon est disponible en large surface et lorsque nous voulons caractériser des matériaux composites dont les hétérogénéités ne permettent pas d'avoir des petits échantillons représentatifs de la totalité du matériau sous test. Les techniques en espace libre sont non destructives et sans contact. Elles sont parfaitement adaptées pour une incidence variable de l'onde électromagnétique et aussi, pour une caractérisation haute fréquence. Mais les réflexions indésirables autour des objets et la diffraction de l'onde aux bords de l'échantillon, rendent les mesures en espace libre moins précises. Les méthodes à cavité résonante sont plus précises [62], mais elles nécessitent une préparation méticuleuse des échantillons. Elles peuvent être appliquées à des matériaux à moyennes ou faibles pertes en bande fréquentielle étroite. Les techniques non résonantes basées sur les lignes de transmission sont moins précises que les méthodes à cavité et plus

précises que les techniques en espace libre. Elles sont utilisées pour une caractérisation large bande et ne nécessitent pas une préparation minutieuse des spécimens en comparaison avec les techniques à cavité [63,64,65].

Dans le chapitre 2, nous proposons d'utiliser le guide d'onde rectangulaire pour des mesures en transmission / réflexion (T/R) en bandes X et Ku. Les coefficients de la matrice de répartition [S] dont les paramètres complexes de réflexion et de transmission sont (S_{11} , S_{22}) et (S_{12} , S_{21}), respectivement. La mesure des S_{ij} est effectuée à l'aide de l'analyseur de réseau vectoriel. Via une procédure inverse, il est possible de remonter aux valeurs complexes de la permittivité et de la perméabilité. Durant tout le travail de cette thèse, les matériaux étudiés sont des diélectriques, la perméabilité relative $\mu_r=1$. Les mesures expérimentales ont été effectuées au département du génie des télécommunications de l'Université de Cantabria en Espagne.

Une variante de méthodes en T/R est proposée en littérature et les techniques de caractérisation ne cessent de se développer. La fameuse technique de Nicolson-Ross-Weir [66,67] est une méthode non-itérative qui détermine à la fois la permittivité ϵ^* et la perméabilité μ^* du matériau sous test. Cette méthode a subi des modifications au fil du temps car les équations dérivées sont algébriquement instables. Lorsque les valeurs des coefficients de réflexion s'approchent du zéro, ou lorsque l'épaisseur de l'échantillon est un multiple de demi-longueur d'onde, l'incertitude sur la phase augmente considérablement. Baker-Jarvis *et al.* ont appliqué une méthode itérative afin de surmonter ces déficiences [68], mais la connaissance d'une valeur approchée $\epsilon^*_{<}$ du matériau sous test est obligatoire pour amorcer le processus itératif et retrouver la valeur exacte ϵ du matériau. Une autre amélioration de la technique en T/R a été proposée pour la première fois par Michael D. Janezic *et al.* [69]. Via une relation explicite basée sur le calcul de la constante de propagation, on peut remonter à la permittivité ϵ du matériau par des mesures des paramètres S_{ij} sans calibrage de l'analyseur de réseau vectoriel. Ces mesures nécessitent deux échantillons de longueurs différentes. Ceci évite toutes les opérations du montage / démontage nécessaires au calibrage du dispositif expérimental. Une contribution de notre part sera développée dans le chapitre 2 : la technique proposée est itérative ne nécessitant qu'un seul échantillon du matériau à caractériser. Cette technique est adaptable pour des mesures avec et sans calibrage de l'analyseur de réseau vectoriel. Ci-après, un tour d'horizon sur les techniques de caractérisation micro-onde.

I.5.2. Techniques des sondes : caractérisation diélectrique en réflexion

Les techniques de mesure large bande basées sur l'utilisation des sondes sont parmi les méthodes expérimentales les plus utilisées. L'échantillon à caractériser n'est pas

nécessairement de nature solide (liquide ou poudre). Ces méthodes répondent particulièrement aux besoins exprimés par les applications biomédicales et agroalimentaires [70]. Le matériau à caractériser est placé en contact de proximité du guide d'onde. Le coefficient de réflexion mesuré à l'aide de l'analyseur de réseau vectoriel dépend des propriétés diélectriques du matériau sous test. On distingue deux types de sondes de mesure : la sonde en ligne de transmission coaxiale (Figure I.9) et la sonde en guide d'onde rectangulaire (Figure I.10).

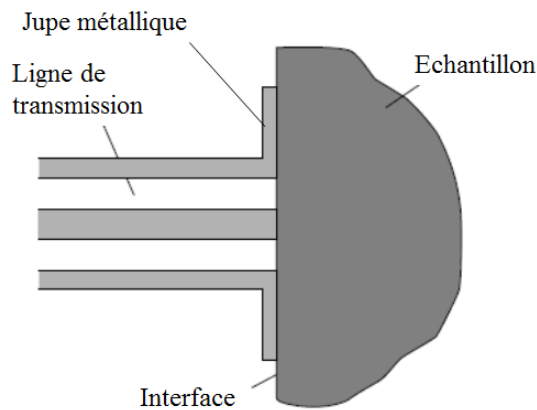


Figure I. 9. Sonde en ligne de transmission coaxiale à jupe métallique en contact avec le matériau diélectrique à caractériser

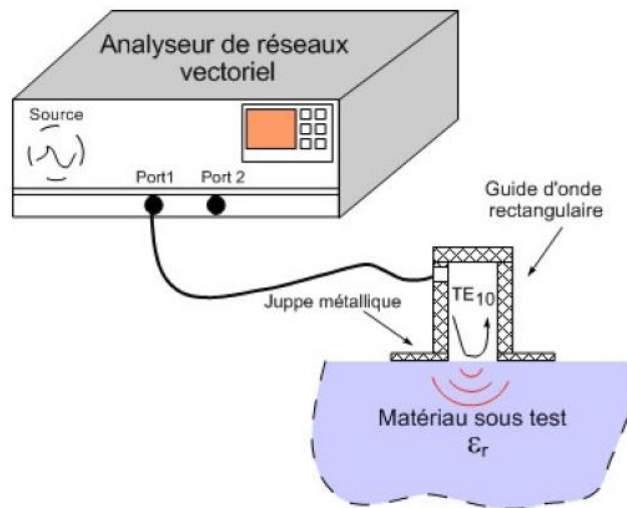


Figure I. 10. Sonde de mesure en guide d'onde rectangulaire en contact avec le matériau diélectrique à caractériser [65]

a. Sonde en guide d'onde rectangulaire

En cas de la sonde rectangulaire, l'analyse électromagnétique de la structure de mesure suppose que seul le mode fondamental TE_{10} se propage le long du guide d'onde. Le rapport de la puissance d'énergie réfléchiée sur celle émise caractérise le coefficient de réflexion de la discontinuité ouverture de la sonde / surface du matériau sous test (MST), i.e. l'admittance Y .

L'admittance d'entrée Y du guide peut s'écrire sous la forme suivante [71] :

$$Y = \frac{2j}{abk_1\pi} \iint (b-x) \left[K_2(a-y) \cos\left(\frac{\pi y}{a}\right) + \frac{a}{\pi} K_1 \sin\left(\frac{\pi y}{a}\right) \right] G_e dy dx \quad (I.33)$$

Où a et b sont respectivement la largeur et la hauteur du guide d'onde rectangulaire, k_1 est le nombre d'onde du mode fondamental TE_{10} donné par :

$$k_1 = \sqrt{k_0^2 - \left(\frac{\pi}{a}\right)^2} \quad (I.34)$$

$$k_0 = \frac{2\pi}{\lambda_0} \quad (I.35)$$

k_0 est le nombre d'onde en espace libre.

Les constantes K_1 et K_2 sont données par les relations :

$$K_1 = k_0^2 \varepsilon_r + \left(\frac{\pi}{a}\right)^2 \quad (I.36)$$

$$K_2 = k_0^2 \varepsilon_r - \left(\frac{\pi}{a}\right)^2 \quad (I.37)$$

G_e s'écrit sous la forme :

$$G_e = \frac{1}{r} e^{-jk_0 r} \quad (I.38)$$

Avec r , la distance entre le point source dans l'ouverture et l'intérieur du matériau à caractériser.

Pour déterminer la permittivité complexe du matériau sous test à partir du coefficient de réflexion, il faut minimiser itérativement l'erreur entre les paramètres théoriques et les paramètres mesurés jusqu'à convergence. Malheureusement, étant donné la complexité de l'analyse électromagnétique, une autre alternative requiert un code de simulation du dispositif

de mesure calculant le coefficient de réflexion théorique et un processus d'optimisation numérique.

Les résultats du calcul à la dernière itération permettent de déduire les caractéristiques diélectriques recherchées. Cette procédure nécessite un temps de calcul important d'une part, et d'autre part une valeur initiale de la permittivité complexe proche de la valeur réelle pour amorcer le processus itératif.

La technique en sonde rectangulaire simplifie les problèmes d'usinage des échantillons. Cependant, le surfacage d'une seule face est nécessaire. En cas de caractérisation des matériaux composites granulaires, il faut s'assurer que la section de la sonde est largement supérieure à la taille moyenne des hétérogénéités du matériau.

b. Sonde en ligne de transmission coaxiale

En cas de la sonde en ligne de transmission coaxiale, l'analyse électromagnétique suppose que seul le mode fondamental TEM se propage le long de la structure. Un bon contact entre le matériau sous test et l'ouverture de la sonde est nécessaire pour avoir une bonne précision de la mesure. Cette technique non destructive a été largement employée pour la caractérisation des liquides et des tissus biologiques [70,72].

De nombreux modèles ont été développés pour analyser les sondes coaxiales à demi-plan infini du matériau à caractériser (figure I.9). Il existe quatre modèles typiques :

- Le modèle capacitif [70,73]
- Le modèle d'antenne [74]
- Le modèle de la ligne virtuelle [75]
- Le modèle de la fonction rationnelle [76,77]

Ces dernières années, on assiste à l'analyse électromagnétique complète via les simulations numériques pour étudier les lignes coaxiales ouvertes.

On ne propose ci-après que le modèle capacitif à titre indicatif. Les détails et la mise en équation de ces modèles peuvent être consultés dans les livres spécialisés. Le circuit équivalent pour le modèle capacitif est représenté sur la figure I.11. La capacité à l'ouverture se compose de deux parties : $C(\epsilon_r)$ est liée aux propriétés diélectriques de l'échantillon et C_f une capacité intrinsèque à la ligne coaxiale et indépendante des propriétés du MST. Lorsque la sonde coaxiale est "connectée" à l'échantillon diélectrique de permittivité complexe ϵ_r , le condensateur équivalent change. Le coefficient de réflexion à l'interface sonde/matériau peut être obtenu à partir des capacités $C(\epsilon_r)$ et C_f qui modélisent l'énergie rayonnée à l'ouverture de la sonde coaxiale :

$$\Gamma^* = \frac{1 - j\omega Z_0 (C(\varepsilon_r) + C_f)}{1 + j\omega Z_0 (C(\varepsilon_r) + C_f)} \quad (I.39)$$

Avec $C(\varepsilon_r) = \varepsilon_r C_0$. C_0 est la capacité du condensateur rempli d'air, ω est la fréquence angulaire et Z_0 est l'impédance caractéristique de la ligne coaxiale utilisée en sonde. A partir de l'équation (I.39), nous obtenons :

$$\varepsilon_r = \frac{1 - \Gamma^*}{j\omega Z_0 C_0 (1 + \Gamma^*)} - \frac{C_f}{C_0} \quad (I.40)$$

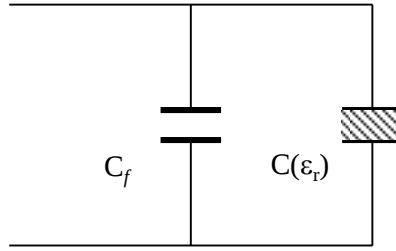


Figure I. 11. Circuit équivalent de la sonde coaxiale à l'ouverture pour le modèle capacitif

La connaissance des valeurs de C_f et C_0 est nécessaire pour retrouver ε_r du matériau sous test à partir du coefficient de réflexion Γ^* suivant l'équation (I.40). C_f et C_0 peuvent être obtenus par une mesure de calibrage d'un matériau étalon dont la permittivité complexe est connue avec précision dans la bande fréquentielle des mesures.

Les relations explicites de C_0 et C_f peuvent être écrites sous les formes suivantes[72] :

$$C_0 = \frac{1 - |\Gamma_{diel}^*|^2}{\omega Z_0 \varepsilon_{diel}'' (1 + 2|\Gamma_{diel}^*| \cos(\varphi_{diel}) + |\Gamma_{diel}^*|^2)} \quad (I.41)$$

$$C_f = \frac{-2|\Gamma_{diel}^*| \sin(\varphi_{diel})}{\omega Z_0 (1 + 2|\Gamma_{diel}^*| \cos(\varphi_{diel}) + |\Gamma_{diel}^*|^2)} - \varepsilon_{diel}' C_0 \quad (I.42)$$

Où :

ε_{diel}' et ε_{diel}'' : les parties réelle et imaginaire du diélectrique étalon respectivement.

$|\Gamma_{diel}^*|$ et φ_{diel} : le module et la phase du coefficient de réflexion mesuré pour le matériau étalon.

Après obtention du C_f et C_0 , la permittivité complexe du matériau sous test est obtenue via l'équation (I.40). Nous présentons à titre illustratif une sonde coaxiale simulée en 2D par le logiciel COMSOL MultiPhysics® d'impédance caractéristique de 50 Ω (figure I.12a). La sonde est en contact avec un échantillon de Téflon de section 15x24 cm. Les figures I.12b et I.13c montrent la distribution du champ électrique dans la structure aux fréquences 8.2 GHz et 18 GHz.

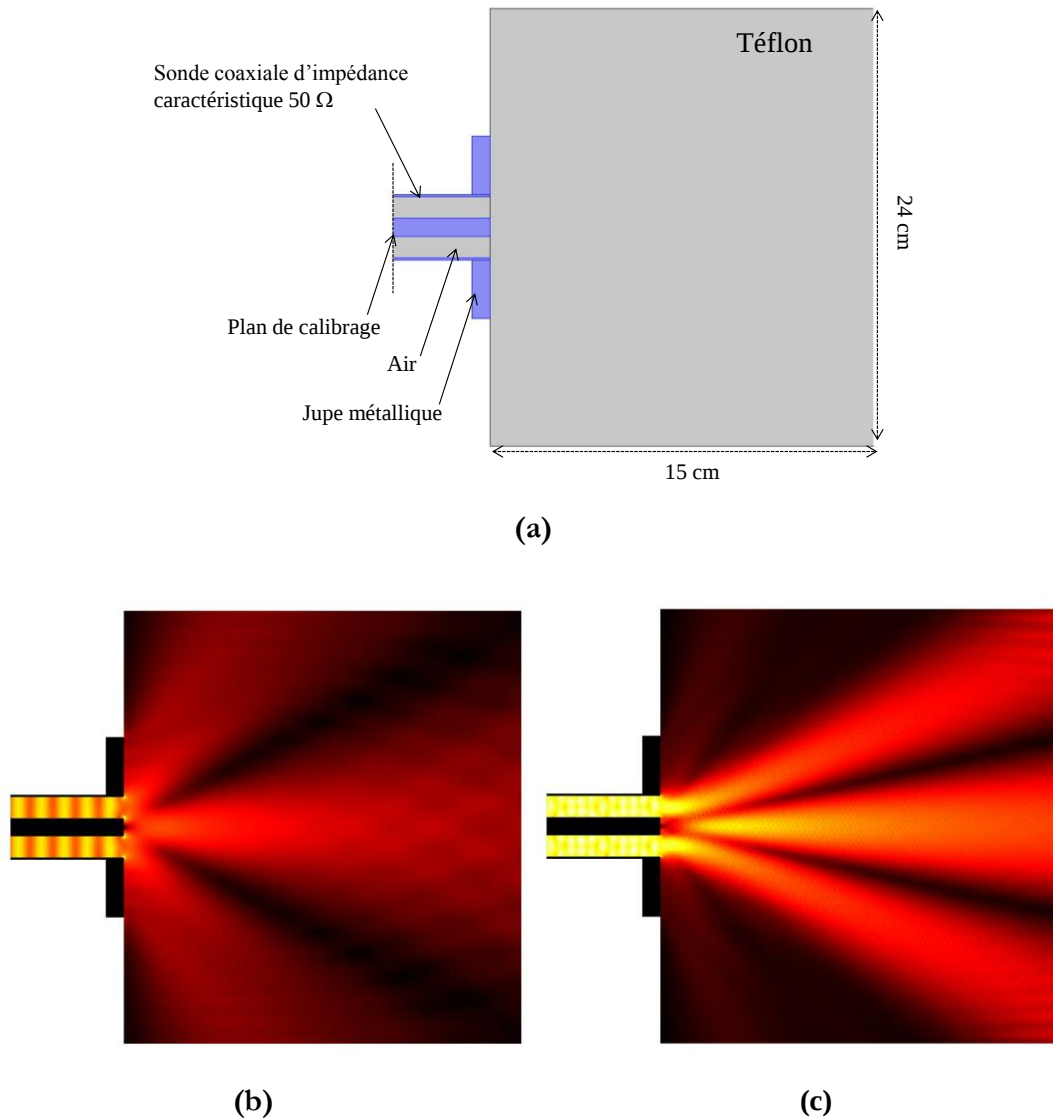


Figure I. 12. Illustration d'une sonde coaxiale vide déposée sur un échantillon en Téflon (a). (b) et (c) représentent les distributions du champ électrique calculé aux fréquences 8.2 GHz et 18 GHz

I.5.3. Techniques des lignes de transmission : caractérisation diélectrique en transmission / réflexion

Les mesures large bande fréquentielle de la permittivité et de la perméabilité complexes sont nécessaires pour une multitude d'applications. Vu sa relative simplicité, la technique de mesure en transmission / réflexion (T/R) est largement utilisée pour une caractérisation large spectre fréquentiel. La littérature est très riche par ce genre de techniques, et ce domaine ne cesse de se développer. La mesure utilisant la méthode T/R consiste à placer l'échantillon du matériau à caractériser à l'intérieur du guide coaxial ou rectangulaire et à mesurer aux niveaux des ports de calibrage, les paramètres complexes de répartition S_{ij} par l'analyseur de réseau vectoriel (figure I.13). L'échantillon diélectrique de longueur d est inséré dans la ligne de transmission. E_{Inc} , E_{Refl} et E_{Trans} sont les champs électriques spatiaux incident, réfléchi et transmis dans les régions I, II et III, respectivement.

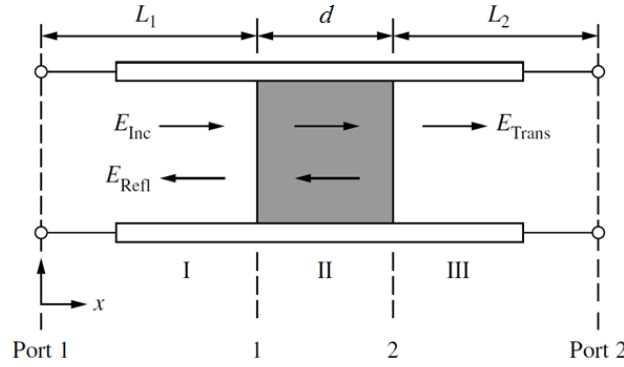


Figure I. 13. Cellule de mesure en transmission /réflexion

Nous présentons ci-après à titre indicatif la méthode explicite de Nicolson-Ross [66] et la méthode itérative de Jarvis-Baker [68]. Les équations décrivant le modèle de la figure I.13 permettent de remonter à la permittivité ϵ_r et à la perméabilité μ_r complexes de l'échantillon. Dans ce système, le nombre d'équations est supérieur au nombre d'inconnus (ϵ_r^* et μ_r^*). Donc, il peut être résolu de différentes façons.

Nous analysons le champ électrique aux interfaces de l'échantillon pour déduire les équations qui modélisent la structure de la figure I.13. Nous supposons que les champs électriques E_I , E_{II} et E_{III} dans les régions I, II et III dépendent implicitement au terme harmonique $\exp(j\omega t)$ dont l'amplitude est égale à 1. On peut écrire la distribution spatiale du champ électrique sous le système d'équations (I.43-45) suivant :

$$E_I = e^{-\gamma_0 x} + C_1 e^{\gamma_0 x} \quad (I.43)$$

$$E_{II} = C_2 e^{-\gamma x} + C_3 e^{\gamma x} \quad (I.44)$$

$$E_{III} = C_4 e^{-\gamma_0 x} \quad (I.45)$$

Avec :

$$\gamma = j \sqrt{\frac{\omega^2 \mu_r^* \varepsilon_r^*}{c^2} - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c} \right)^2} \quad (I.46)$$

$$\gamma_0 = j \sqrt{\frac{\omega^2}{c^2} - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c} \right)^2} \quad (I.47)$$

$$\varepsilon^* = (\varepsilon_r' - j\varepsilon_r'') \varepsilon_0 = \varepsilon_r^* \varepsilon_0 \quad (I.48)$$

$$\mu^* = (\mu_r' - j\mu_r'') \mu_0 = \mu_r^* \mu_0 \quad (I.49)$$

Où :

ω : la pulsation angulaire.

λ_c : la longueur d'onde de coupure.

ε_0 et μ_0 : la permittivité et la perméabilité du vide, respectivement.

ε_r^* et μ_r^* : la permittivité et la perméabilité relatives complexes de l'échantillon à caractériser, respectivement.

γ_0 et γ : les constantes de propagation dans le vide et dans le matériau, respectivement.

Les coefficients C_i sont définis à partir des conditions aux limites du champ électrique. La continuité de la composante tangentielle du champ électrique aux interfaces de l'échantillon peut être exprimée par :

$$E_I(x = L_1) = E_{II}(x = L_1) \quad (I.50)$$

$$E_{II}(x = L_1 + d) = E_{III}(x = L_1 + d) \quad (I.51)$$

Avec :

d : l'épaisseur de l'échantillon.

L_1 et L_2 : les distances qui séparent les interfaces de l'échantillon aux ports du calibrage.

Dans l'hypothèse où les courants surfaciques ne sont pas générés, la continuité de la composante normale du champ magnétique aux interfaces de l'échantillon peut être exprimée par :

$$\frac{1}{\mu_0} \frac{\partial E_I}{\partial x}(x = L_1) = \frac{1}{\mu^*} \frac{\partial E_{II}}{\partial x}(x = L_1) \quad (I.52)$$

$$\frac{1}{\mu^*} \frac{\partial E_{II}}{\partial x}(x = L_1 + d) = \frac{1}{\mu_0} \frac{\partial E_{III}}{\partial x}(x = L_1 + d) \quad (I.53)$$

La résolution du système d'équations (I.43-45) permet d'obtenir les expressions des paramètres S_{ij} en supposant que $S_{12}=S_{21}$ pour le cas des matériaux homogènes et une cellule de mesure passive et symétrique.

$$S_{11} = R_1^2 \left[\frac{(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right] \quad (I.54)$$

$$S_{22} = R_2^2 \left[\frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right] \quad (I.55)$$

$$S_{12} = S_{21} = R_1 R_2 \left[\frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right] \quad (I.56)$$

Avec :

$$\begin{cases} R_1 = e^{-\gamma_0 L_1} \\ R_2 = e^{-\gamma_0 L_2} \end{cases} \quad (I.57)$$

Le coefficient de réflexion Γ peut s'écrire sous la forme suivante :

$$\Gamma = \frac{\frac{\gamma_0}{\mu_0} - \frac{\gamma}{\mu^*}}{\frac{\gamma_0}{\mu_0} + \frac{\gamma}{\mu^*}} \quad (I.58)$$

Nous avons aussi l'expression du coefficient de transmission T :

$$T = e^{(-\gamma d)} \quad (I.59)$$

En plus, pour un guide vide :

$$S_{21}^0 = R_1 R_2 e^{(-\gamma_0 d)} \quad (\text{I.60})$$

- **Principe de la méthode explicite de Nicolson-Ross**

Par combinaison entre les expressions de S_{11} et S_{21} , la méthode de Nicolson-Ross [66] permet la détermination simultanée de la permittivité et de la perméabilité complexes à partir des paramètres S_{ij} mesurés en T/R aux plans de calibrage de la cellule de mesure. Ces plans sont définis par un calibrage TRL [78,79] de l'analyseur de réseau vectoriel ARV. Dans cette méthode, le coefficient de réflexion Γ_1 est explicité par la forme suivante :

$$\Gamma_1 = K \pm \sqrt{K^2 - 1} \quad (\text{I.61})$$

Avec :

$$K = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}} \quad (\text{I.62})$$

Le coefficient de transmission T_1 est donné par :

$$T_1 = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma_1}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma_1} \quad (\text{I.63})$$

Dans l'expression (I.61), le signe doit correspondre à une existence physique du coefficient de réflexion ($|\Gamma_1| \leq 1$). La permittivité et la perméabilité relatives complexes sont déterminées par :

$$\mu_r^* = j \frac{c}{\omega d} \ln(T_1) \left(\frac{1 + \Gamma_1}{1 - \Gamma_1} \right) \quad (\text{I.64})$$

$$\varepsilon_r^* = - \left[\frac{c}{\omega d} \ln(T_1) \right]^2 \cdot \frac{1}{\mu_r^*} \quad (\text{I.65})$$

Cette procédure présente des pics d'imprécision pour les matériaux à faible pertes aux fréquences où la longueur de l'échantillon est un multiple de la demi-longueur d'onde guidée. A ces points fréquentiels, le module de S_{11} est très faible et l'incertitude sur la mesure de la phase de S_{11} par l'ARV est très grande. Par conséquent, une imprécision de mesure de ε_r^* et μ_r^* . Pour résoudre ce problème, une solution consiste à tailler les échantillons de faible épaisseur. Mais, en contrepartie, pour des matériaux à très faibles pertes et à faible permittivité,

des échantillons relativement longs sont préférables pour une bonne précision de mesure de ϵ_r^* et μ_r^* .

- **Principe de la méthode itérative de Baker-Jarvis**

Afin de surmonter les points faibles de la technique explicite de Nicolson-Ross, Baker-Jarvis a proposé dans son article [68] une combinaison linéaire entre les paramètres S_{ij} dans le cas où l'épaisseur de l'échantillon et les positions des plans de calibrage sont connues avec précision. La résolution itérative de l'équation suivante

$$\frac{1}{2}[(S_{12} + S_{21}) + \beta(S_{11} + S_{22})] = \frac{T(1 - \Gamma^2) + \beta\Gamma(1 - T^2)}{1 - T^2\Gamma^2} \quad (I.66)$$

mène à des solutions stables quelle que soit l'épaisseur de l'échantillon. Les S_{ij} de (I.66) ont subi une transformation par rotation à l'aide des équations (I.57) des plans de calibrage jusqu'aux interfaces de l'échantillon. β est un paramètre qui dépend de l'épaisseur ainsi que des pertes de l'échantillon. En cas des matériaux à faibles pertes, S_{21} domine, et on peut prendre $\beta=0$. En cas des matériaux à grandes pertes, S_{11} domine, et une large valeur de β est appréciable. Une comparaison entre la méthode de Nicolson-Ross et Baker-Jarvis est présentée sur la figure I.15.

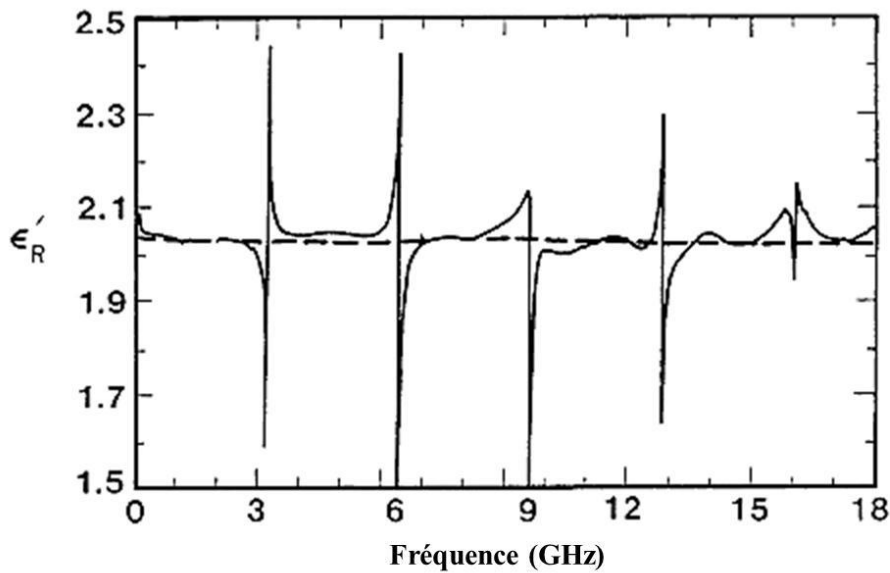


Figure I. 14. *Partie réelle de la permittivité relative du Téflon en fonction de la fréquence. Trait plein : technique de Nicolson-Ross. Trait en pointillés : procédure itérative de Baker-Jarvis [68]*

La résolution itérative de (I.66) nécessite une valeur initiale de la permittivité ϵ_{r0}^* proche de la valeur réelle. Cette valeur initiale peut être obtenue via la technique de Nicolson-Ross appliquée au premier point fréquentiel. Pour le point fréquentiel suivant, la valeur initiale est la solution de l'itération précédente.

I.5.4. Technique en espace libre

La technique en espace libre consiste à placer l'échantillon à permittivité inconnue entre une antenne d'émission et une autre de réception (figure I.15). Les permittivités et les perméabilités complexes sont déduites par les mesures des variations d'amplitude et de la phase d'une onde électromagnétique transmise ou réfléchi par l'échantillon. Le modèle le plus simple utilisé consiste en une lame plane à faces parallèles éclairée par une onde plane. Dans ce cas, il est possible de relier le déphasage et l'atténuation de l'onde plane incidente avec les coefficients de transmission ou de réflexion pour divers angles d'incidence et diverses polarisations. Les méthodes en espace libre sont non destructives et sans contact. Elles sont bien adaptées aux mesures sous incidence variable et pour des mesures en températures relativement élevées. En hautes fréquences, au-delà de 50 GHz, les dimensions des guides d'onde sont très petites. $(1 \times 2) \text{ mm}^2$ est la dimension approximative d'un guide d'onde rectangulaire travaillant en 75 GHz. Cependant, la réalisation de très petits échantillons devient très difficile pour une caractérisation guidée. Par la suite, la caractérisation en espace libre s'avère la plus adaptée. Mais les réflexions multiples entre la surface de l'échantillon et l'antenne ainsi que le phénomène de diffraction de l'onde électromagnétique aux bords de l'échantillon sont les majeurs points faibles qui réduisent la précision de cette technique.

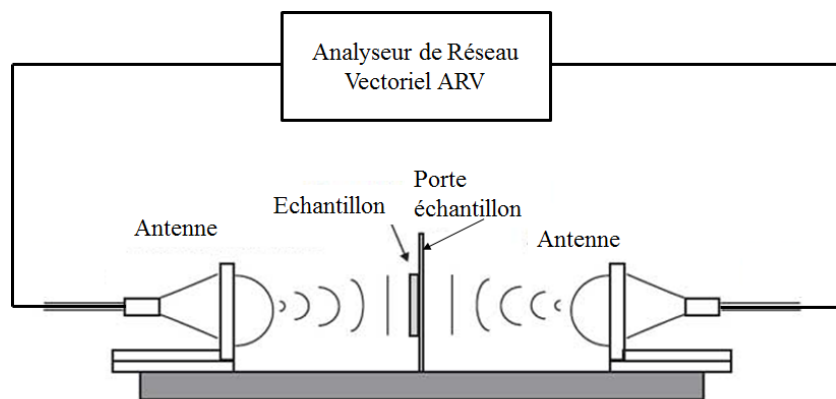


Figure I. 15. Caractérisation en espace libre de l'échantillon

I.5.5. Technique de cavité résonante

Le principe de fonctionnement des cavités résonnantes repose sur le phénomène de résonance des ondes électromagnétiques dans une cavité de forme cylindrique à section circulaire. L'échantillon de forme cylindrique (bâtonnet) est inséré au centre de la cavité reliée à un analyseur de réseau qui génère des ondes électromagnétiques à l'intérieur de celle-ci (figure I.16). La permittivité et la tangente des pertes de l'échantillon sont calculées à partir de la variation de la fréquence de résonance et la modification du facteur de qualité de la cavité dues à la présence de l'échantillon.

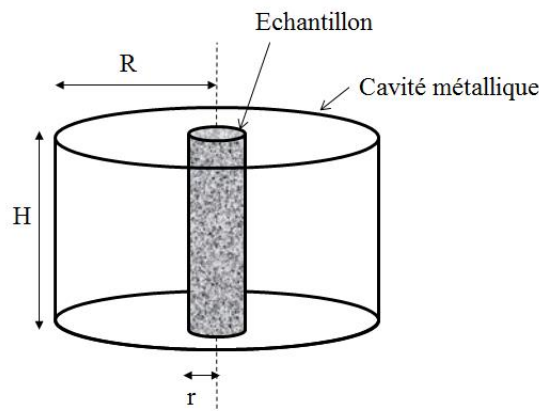


Figure I. 16. Caractérisation en cavité résonante cylindrique

Il s'agit d'une mesure mono-fréquence dont les principaux paramètres sont les volumes de la cavité et de l'échantillon, les fréquences de résonance à vide et à charge, ainsi que les facteurs de qualité à vide et à charge. Le programme de dépouillement des mesures permet d'avoir une précision et une sensibilité sur la permittivité bien meilleures que celles des méthodes guidées. Les techniques de cavité résonante sont généralement appliquées à la caractérisation des matériaux à faibles pertes. Dans une étude récente, il a été démontré qu'elles sont applicables aux matériaux à fortes pertes à condition d'avoir de très petits échantillons ou des cavités de volume plus supérieur [80]. En outre, pour une caractérisation large bande, une nouvelle cavité doit être réalisée. Ceci n'est pas réalisable d'un point de vue pratique. Des cavités résonantes accordables peuvent être utilisées pour une analyse large bande fréquentielle, néanmoins, elles sont plus chères et une augmentation de la bande passante est accompagnée par une diminution de la précision. Des résonateurs peuvent être créés en utilisant des sections de guide d'onde rectangulaire. Afin d'éviter des pertes dues aux extrémités d'un guide terminé par un circuit ouvert, les résonateurs en guide rectangulaire sont terminés par des court-circuits, formant ainsi une boîte fermée. L'énergie électromagnétique est stockée dans la cavité, et une petite ouverture permet d'extraire cette énergie. De la

puissance peut être dissipée dans les conducteurs qui forment la paroi de la cavité ou dans l'échantillon à caractériser.

I.6. Méthodes numériques

I.6.1. Introduction

L'introduction des méthodes numériques dans le processus de conception de nouveaux matériaux composites devient incontournable pour l'étude des propriétés de ces structures hétérogènes. L'étape de la modélisation numérique devient une phase nécessaire pour la fabrication « virtuelle » des structures hétérogènes avant le passage au laboratoire. Elle permet de s'épargner des voies de synthèse infructueuses. Ceci est d'autant plus vrai que les approches analytiques proposées précédemment font toutes usage d'approximations qui limitent leur application. Leur transférabilité et leur universalité posent également un problème non résolu. Le désordre spatial des hétérogénéités, leurs formes, leurs orientations vis-à-vis du champ électrique externe, leurs éventuelles interactions et leurs concentrations forment un ensemble de paramètres qui peuvent être pris en compte chacun indépendamment par la simulation numérique afin d'évaluer son influence. Ceci constitue sans doute un avantage de plus des méthodes numériques.

Dans le cadre de notre travail, nous utilisons la méthode des différences finies dans le domaine temporel FDTD [20] et la méthode des éléments finis FE [22], dans l'objectif de pouvoir les exploiter pour évaluer la permittivité effective de matériaux composites aléatoires et périodiques. L'avantage de ces méthodes réside dans le fait qu'elles permettent de simuler des structures fortement hétérogènes.

I.6.2. La méthode des différences finies dans le domaine temporel FDTD

La méthode des différences finies dans le domaine temporel (FDTD : Finite-Difference Time-Domain) [20,81] est une méthode particulièrement bien adaptée à l'étude des structures hétérogènes. La FDTD se base sur la résolution directe des équations de Maxwell dans le domaine temporel pour une structure dont la distribution spatiale des permittivités des phases constituantes est aléatoire. Les équations de base sont très simples et vérifient les formes dérivées et intégrales des équations de Maxwell. Vu l'arrivée des ordinateurs personnels puissants et de faibles coûts, la FDTD est devenue une méthode numérique à la portée de tous. De plus, elle est capable de modéliser n'importe quel type de matériau, métal, diélectrique, milieu anisotrope [82], dispersif [83] ou non-linéaire [84]. Elle permet de déterminer la réponse fréquentielle par transformation de Fourier de la réponse temporelle

suite à une seule impulsion temporelle. Diverses conditions aux limites comme les conditions de Mur [85] et UPML (Uniaxial Perfectly Matched Layer) [86] sont affectées aux frontières entourant la structure étudiée, afin de tronquer le domaine de calcul et simuler la propagation d'une onde plane dans une région infinie.

Une description détaillée de la méthode FDTD sera abordée au début du chapitre 3.

Brièvement, nous présentons dans la suite, la méthode des éléments finis FE qui est, elle aussi, très répandue pour l'évaluation de propriétés de transport des ondes électromagnétiques dans les matériaux hétérogènes.

I.6.3. La méthode des éléments finis FE

La méthode des éléments finis FE [92] fait partie des outils numériques qui ont fait preuve d'efficacité dans des domaines aussi variés (électromagnétisme, mécanique, thermodynamique, etc...). La méthode des éléments finis est utilisée pour résoudre numériquement des équations aux dérivées partielles. Celles-ci peuvent représenter analytiquement le comportement dynamique de certains systèmes physiques. Concrètement, cela permet de calculer numériquement le comportement d'objets même très complexes, à condition qu'ils soient continus et décrits par une équation aux dérivées partielles. Il est possible d'étudier des objets de taille et de forme quelconque. Dans le cas où ces données sont complexes, elles n'entraînent qu'un surcoût en temps de calcul. Ainsi, le calcul est seulement borné par la puissance et la mémoire de l'ordinateur utilisé. La méthode consiste à rechercher une solution approchée de la solution exacte.

Vu la richesse de la littérature par des livres et des articles traitant cette méthode [1,93,94,95], on se contente de donner les grandes lignes de la méthode des éléments finis. On procède donc par étapes successives :

- On se pose un problème physique sous la forme d'une équation différentielle ou aux dérivées partielles à satisfaire en tout point du domaine de calcul, avec des conditions aux limites sur les bords.
- On construit une formulation intégrale du système différentiel à résoudre et de ses conditions aux limites : c'est la formulation variationnelle du problème.
- On divise le domaine de calcul en sous domaines : c'est le maillage. Les sous domaines sont appelés éléments. D'habitude on choisit un maillage carré, triangulaire ou tétraédral, mais rien n'interdit de choisir des maillages plus complexes et on a tendance à resserrer le maillage près des endroits d'intérêts, là où on pense que la solution va beaucoup varier (figure I.17).

On ramène le problème à un problème discret : c'est la discrétisation. En effet, toute solution approchée est complètement déterminée par les valeurs aux nœuds des éléments. Il suffit donc de trouver les valeurs à attribuer aux nœuds pour décrire une solution approchée. La discrétisation de la formulation intégrale aboutit à la résolution d'un système d'équations algébriques.

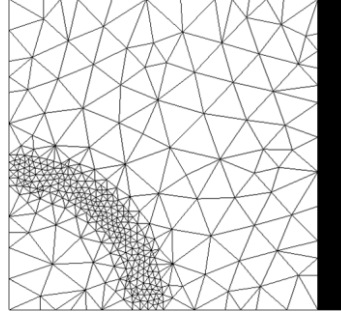


Figure I. 17. *Le maillage est plus serré autour de la zone d'intérêt [96]*

Nous utilisons la méthode FE assistée par les logiciels HFSS et COMSOL MultiPhysics® pour la modélisation de matériaux composites aléatoires, périodiques, avec et sans pertes dans les cas 2D et 3D. Cette méthode a été employée par divers auteurs [22,97] pour le calcul de la permittivité effective complexe de matériaux composites du statique jusqu'aux micro-ondes.

I.7. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons voulu être intentionnellement bref, en présentant les phénomènes de polarisation, la définition de la permittivité et l'origine des pertes diélectriques dans les matériaux diélectriques. Nous avons rappelé aussi les différentes lois de mélange qui permettent d'interpréter et d'analyser les propriétés diélectriques des structures hétérogènes aléatoires et périodiques. La simulation de ces structures sera effectuée par la méthode FDTD et la méthode des éléments finis. L'accent est mis aussi sur les techniques de caractérisation micro-onde des matériaux.

Dans la suite de notre travail, nous développerons deux nouvelles techniques micro-onde en transmission / réflexion et en réflexion seule en guide d'onde rectangulaire. Ces techniques déterminent la permittivité relative complexe des matériaux diélectriques en bandes fréquentielles X et Ku. Nous simulerons des composites granulaires par les méthodes numériques proposées en statique et en micro-onde dans le but d'évaluer précisément la composition des mélanges hétérogènes, mettre en évidence les effets de la forme et de la concentration des inclusions sur la permittivité effective, tirer des lois semi-empiriques basées sur les résultats numériques et surmonter les limitations principales des approches analytiques.

Chapitre II

Contributions aux techniques de caractérisation micro-onde des matériaux diélectriques

II.1. Introduction

L'étude des propriétés diélectriques des matériaux via une caractérisation micro-onde trouve ses applications dans différents domaines tels que les télécommunications, l'aérospatial et les applications industrielles des micro-ondes. Toutes ces applications requièrent une connaissance précise de la permittivité complexe des matériaux utilisés. Dans la conception des matériaux composites absorbants des ondes électromagnétiques [26] par exemple, la permittivité et/ou la perméabilité complexes sont des éléments fondamentaux à tenir en compte. Plusieurs techniques micro-ondes sont proposées dans la littérature, et chaque méthode a ses avantages et ses limitations.

Nous proposons dans ce chapitre deux contributions aux techniques de caractérisation micro-onde large bande. Ces techniques sont basées sur les guides d'onde rectangulaires en bandes fréquentielles X [8.2-12.4] *GHz* et Ku [12.4-18] *GHz*. La première contribution est une caractérisation en transmission / réflexion (T/R), dont le développement théorique rigoureux ne tient en compte aucune approximation. La technique est itérative nécessitant qu'un seul échantillon du matériau à caractériser. Elle peut être appliquée aux paramètres de répartition S_{ij} mesurés avec ou sans calibrage de l'analyseur de réseau vectoriel. La deuxième contribution est une extension de la technique en réflexion seule appliquée à un guide rectangulaire court-circuité pour la caractérisation des échantillons à faible épaisseur. Une très nette amélioration sera remarquée lors d'une comparaison avec les travaux de B.-K. Chung [98] et K. Sarabandi [99]. Nous validons la méthode en T/R proposée ci-après par des simulations 2D et 3D avec les logiciels COMSOL MultiPhysics® et HFSS. La validation expérimentale est appliquée sur des matériaux diélectriques à faibles et moyennes pertes du genre : Celotex, Bois, Nylatron, Peek, PVC, Plexiglas, Téflon, Delrin, Arnite, en bandes fréquentielles X et Ku.

II.2. Technique originale en transmission / réflexion (T/R)

II.2.1. Principe de la méthode en transmission / réflexion (T/R)

Dans cette partie, nous développons le principe théorique d'une nouvelle technique micro-onde pour la caractérisation des matériaux diélectriques. Cette technique est basée sur la mesure des paramètres de répartition S_{ij} par l'analyseur de réseau vectoriel (ARV) en large bande fréquentielle, et par la suite, la détermination de la permittivité complexe des échantillons diélectriques placés dans les guides d'onde rectangulaires fonctionnant en bandes X et Ku. Considérons le schéma de la figure II.1 suivant :

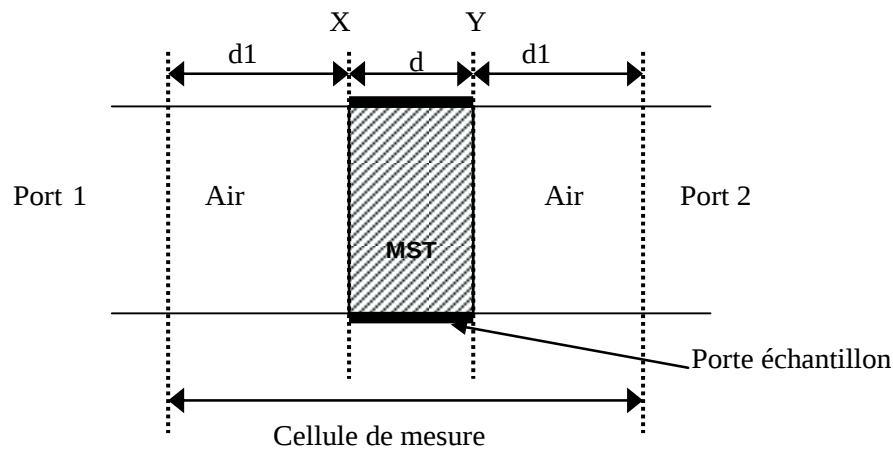


Figure II. 1. Cellule de mesure

Le matériau sous test (MST) est placé dans la cellule de mesure. Il est supposée symétrique, isotrope et non magnétique ($\mu_r^*=1$). Nous supposons aussi que seul le mode fondamental TE_{10} se propage dans la cellule. Les plans Port1/Air et Air/Port2 de la figure II.1 sont des transitions entre le dispositif de mesure et l'ARV. Ils sont aussi les plans de calibrage en cas de mesures calibrées. X et Y sont les plans-interfaces du MST. Nous calculons les matrices de transmission M_1 et M_2 . M_1 correspond à la cellule de mesure vide ou partiellement remplie par un diélectrique dont la permittivité complexe est connue avec précision sur la bande fréquentielle étudiée. La matrice de transmission M_2 correspond à la cellule de mesure partiellement remplie par l'échantillon à caractériser MST :

$$M_i = \frac{1}{S_{21i}} \begin{pmatrix} S_{12i}S_{21i} - S_{11i}S_{22i} & S_{11i} \\ -S_{22i} & 1 \end{pmatrix} \text{ avec } i=1 \text{ ou } 2 \quad (\text{II.1})$$

Ces deux matrices M_1 et M_2 peuvent être écrites sous la forme d'un produit de cinq matrices :

$$\begin{cases} M_1 = x.T_{ref1}.T_1.T_{ref1}^{-1}.y \\ M_2 = x.T_{ref2}.T_2.T_{ref2}^{-1}.y \end{cases} \quad (II.2)$$

Où :

- x et y : les matrices d'erreurs supposées inchangées lors des deux mesures. Elles modélisent les imperfections de l'ARV, les effets des interconnexions des câbles [68,100,101] et les tronçons des guides de part et d'autre du MST.
- $T_{ref\ i}$: la matrice de transmission correspondante au saut d'impédance à l'interface Air/Matériau.

$$T_{ref\ i} = \frac{1}{1-\Gamma_i} \begin{pmatrix} 1 & \Gamma_i \\ \Gamma_i & 1 \end{pmatrix} \text{ avec } i=1 \text{ ou } 2 \quad (II.3)$$

$$\Gamma_i = \frac{\gamma_0 - \gamma_i}{\gamma_0 + \gamma_i} \quad (\mu_r^* = 1) \quad (II.4)$$

$$T_i = \begin{pmatrix} \exp(-\gamma_i d) & 0 \\ 0 & \exp(\gamma_i d) \end{pmatrix} \quad (II.5)$$

- Γ_i : le coefficient de réflexion au niveau de l'interface Air/Matériau.
- T_i : la matrice de transmission d'une ligne de longueur d .
- γ_0 et γ_i : les constantes de propagation dans l'air et dans le diélectrique ϵ_{di}^* respectivement.

$$\text{Avec :} \quad \gamma_0 = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{1 - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2} \quad (II.6)$$

$$\text{et} \quad \gamma_i = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{\epsilon_{ri}^* \mu_{ri}^* - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2} \text{ avec } i=1 \text{ ou } 2 \quad (II.7)$$

- λ_c et λ_0 : la longueur d'onde de coupure du guide d'onde rectangulaire et la longueur d'onde en espace libre, respectivement.

Le produit matriciel $M_1 M_2^{-1}$ permet d'éliminer la matrice d'erreur y comme le montre la relation (II.8) :

$$M_1 M_2^{-1} = x \cdot T_{ref1} \cdot T_1 \cdot T_{ref1}^{-1} \cdot T_{ref2} \cdot T_2^{-1} \cdot T_{ref2}^{-1} \cdot x^{-1} \quad (II.8)$$

L'équation (II.8) montre aussi que $M_1 M_2^{-1}$ et $T_{ref1} \cdot T_1 \cdot T_{ref1}^{-1} \cdot T_{ref2} \cdot T_2^{-1} \cdot T_{ref2}^{-1}$ sont semblables, c'est-à-dire qu'elles ont la même trace définie par la somme des éléments diagonaux [101,102].

$$Tr(M_1 M_2^{-1}) = Tr(T_{ref1} \cdot T_1 \cdot T_{ref1}^{-1} \cdot T_{ref2} \cdot T_2^{-1} \cdot T_{ref2}^{-1}) \quad (II.9)$$

$Tr(\bullet)$ est la trace de la matrice carrée $(\bullet)$.

La relation (II.9) est une équation non-linéaire dont le seul inconnu est la permittivité complexe ϵ_{r2}^* du MST.

Cette approche permet d'éliminer mathématiquement les matrices d'erreurs x et y provenant du dispositif expérimental et d'extraire une équation non-linéaire dont la résolution peut se faire d'une manière itérative via un algorithme de résolution. L'équation (II.9) peut être simplifiée davantage si on prend l'air comme diélectrique de référence lors de la première mesure, alors : $\epsilon_{r1}^* = 1$, $\gamma_1 = \gamma_0$ et $\Gamma_1 = 0$. L'équation (II.9) devient :

$$Tr(M_1 M_2^{-1}) = Tr(T_1 T_{ref2} \cdot T_2^{-1} \cdot T_{ref2}^{-1}) = 2 \frac{\Gamma_2^2 \cosh(\Lambda_1) - \cosh(\Lambda_2)}{\Gamma_2^2 - 1} \quad (II.10)$$

Avec : $\Lambda_1 = (\gamma_0 + \gamma_2) d$ et $\Lambda_2 = (\gamma_0 - \gamma_2) d$.

La fonction non-linéaire (II.9) peut être résolue itérativement par la méthode de Newton-Raphson [103,104]. En cas de nouveaux matériaux, l'intervalle d'estimation de la permittivité est inconnu, l'algorithme de Nicolson-Ross [66] est employé pour estimer la valeur initiale de ϵ_{r2}^* et amorcer le processus itératif de résolution. Nous arrêterons les calculs quand une précision sur ϵ_{r2}^* , fixée à l'avance, est atteinte. Le programme converge rapidement vers la valeur exacte de la permittivité complexe. Les détails de l'algorithme de Newton-Raphson sont disponibles dans les encyclopédies en ligne.

Notons aussi que cette approche mathématique tient en compte toutes les réflexions de l'onde aux deux interfaces de l'échantillon. Contrairement aux techniques existantes qui, par approximation, ne considèrent que la première réflexion de l'onde électromagnétique sur le MST. En plus, la méthode proposée élimine mathématiquement les erreurs du dispositif de mesure via des opérations matricielles. Nous comparerons dans la suite les résultats de la technique pour les S_{ij} mesurés avec et sans calibrage de l'ARV. Rappelons que la méthode

nécessite deux mesures des paramètres S_{ij} , l'une à vide ou avec un échantillon diélectrique de référence et l'autre avec le MST. L'échantillon de référence doit avoir la même taille et la même position dans le guide d'onde rectangulaire que l'échantillon à caractériser.

II.2.2. Validation par simulation numérique

La méthode des éléments finis (FE) est un outil de calcul numérique très puissant, polyvalent et largement utilisé pour le calcul des paramètres de répartition S_{ij} d'une large gamme de structures électromagnétiques. Dans quelques cas particuliers, l'analyse tridimensionnelle complète de la structure peut être réduite à une analyse électromagnétique bidimensionnelle. Les besoins à un grand espace mémoire et un temps de calcul important sont alors réduits.

Dans cette section, nous validons l'approche mathématique de la technique proposée dans la section précédente. Nous simulons la cellule de mesure (figure II.1) en 2d et en 3D par les logiciels COMSOL MultiPhysics® et HFSS® respectivement. Les modèles graphiques sont présentés sur la figure II.2. Ces deux logiciels calculent la distribution spatiale du champ électromagnétique dans la cellule par la méthode des FE, et par la suite, calculent les paramètres S_{ij} aux niveaux des ports. Les deux modèles graphiques modélisent un guide d'onde rectangulaire WR90 fonctionnant en bande X [8.2-12.4] *GHz* et de longueur 80 *mm*. A ces fréquences, nous supposons que seul le mode fondamental TE_{10} se propage. Le MST d'épaisseur $d=10$ *mm* est inséré au milieu du guide.

Les matériaux utilisés pour la validation sont le Mica ($\epsilon_r=6$; $\sigma=2.01.10^{-5}$ *S/m*) et le Silicium ($\epsilon_r=12.1$; $\sigma=10^{-12}$ *S/m*), avec σ est la conductivité électrique. La distribution spatiale du module du champ électrique de la structure 2D (cas du Silicium) est présentée sur la figure II.3.

Les paramètres S_{ij} , résultats des simulations avec MST et à vide, sont incorporés dans le programme MATLAB mis au point qui recalcule la permittivité complexe du matériau simulé. Les parties réelles et imaginaires de la permittivité du Mica et du Silicium sont présentées sur les figures II.4 et II.5. La différence entre les résultats issus des simulations 2D et 3D est très minime. Cela est dû à l'existence des modes d'ordres supérieurs évanescents en 3D. D'un point de vue global, la cellule de mesure peut être simulée en 2D avec une réduction des ressources informatiques. Notons aussi que l'exécution du programme MATLAB de dépouillement des mesures est très rapide donnant des résultats des permittivités très stables sur toute la bande fréquentielle de simulation.

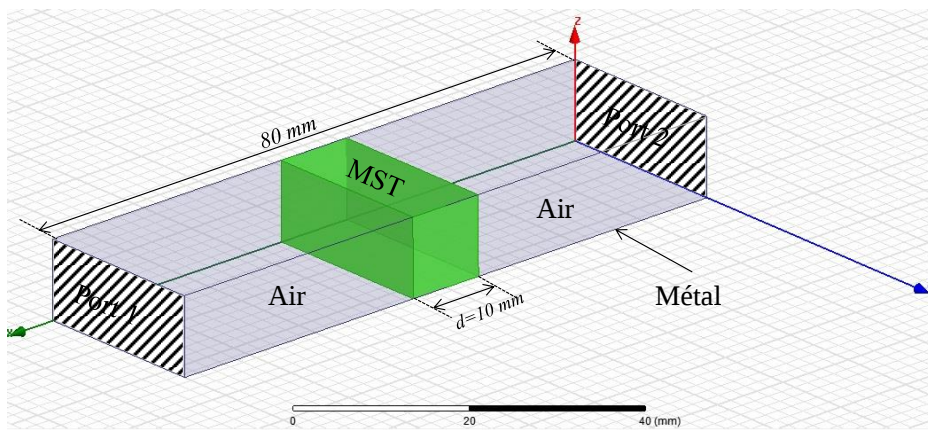
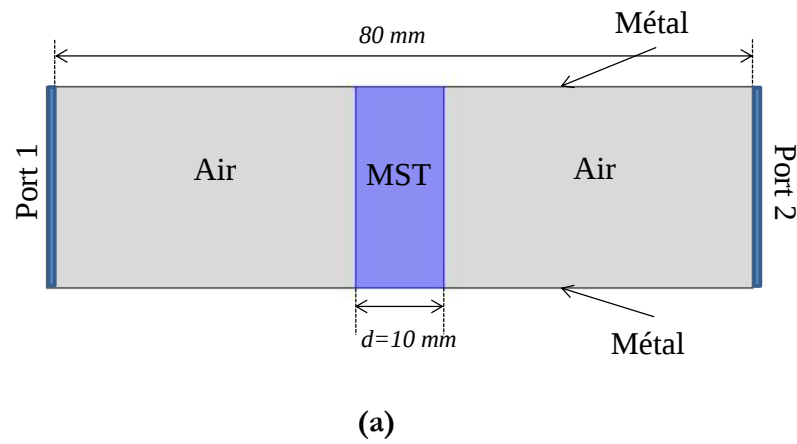


Figure II. 2. Modèles graphiques du guide d'onde rectangulaire WR90 utilisés dans les simulateurs COMSOL (a) et HFSS (b)

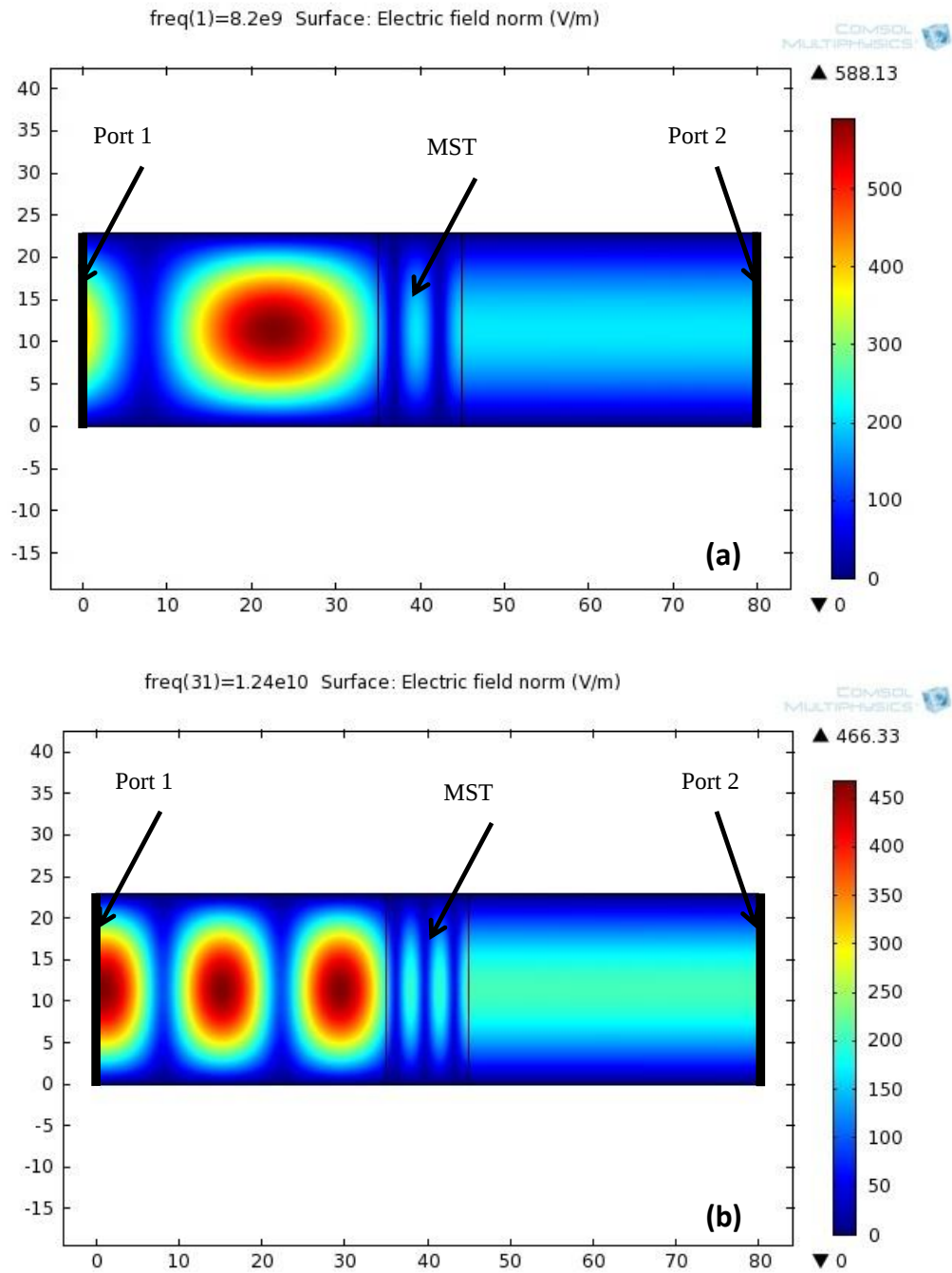


Figure II. 3. Distribution spatiale du module du champ électrique en cas de 2D à 8.2GHz (a) et à 12.4GHz (b). Le MST est le Silicium ($\epsilon_r=12.1$)

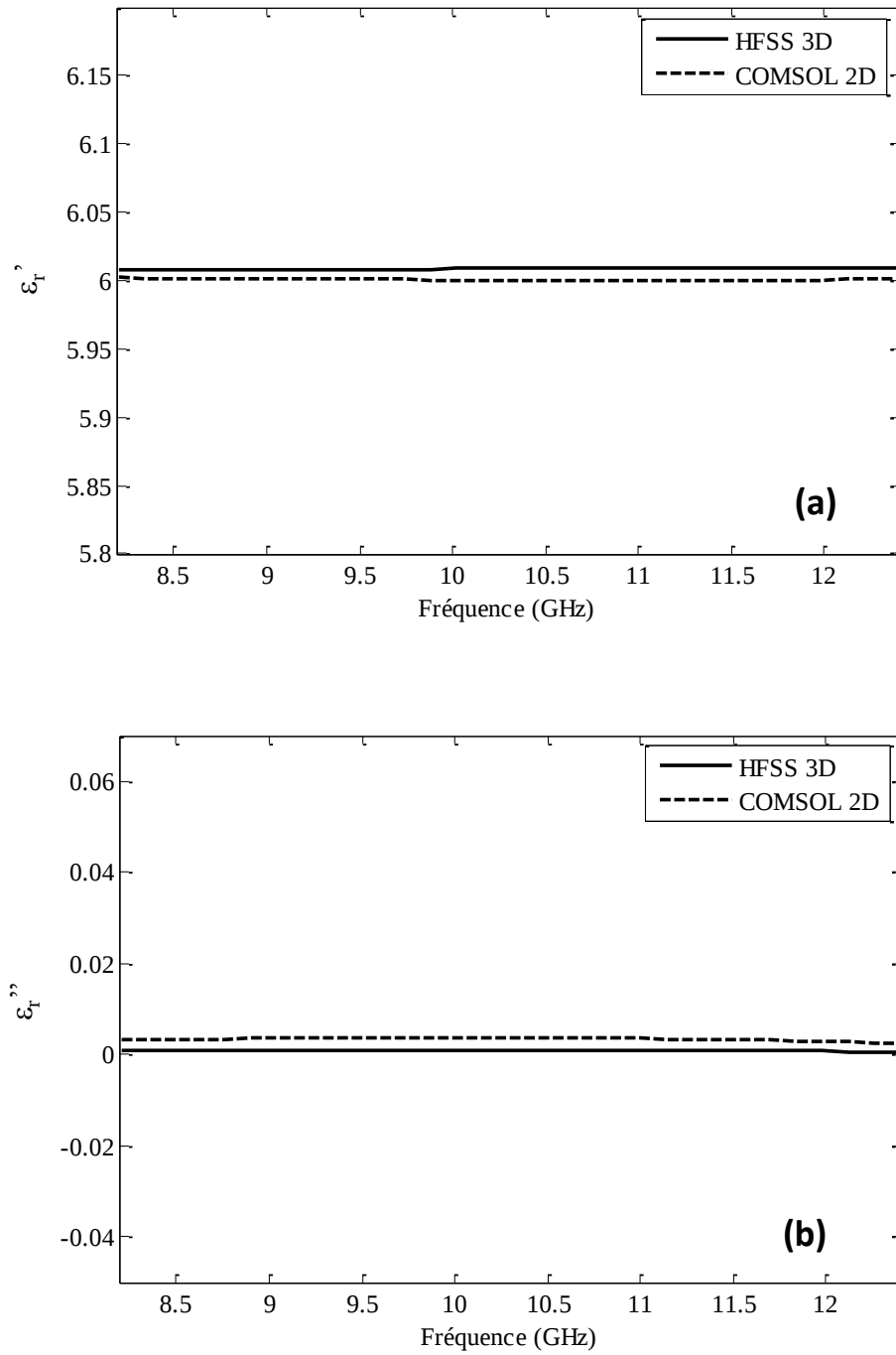


Figure II. 4. Evolution des parties réelle (a) et imaginaire (b) de la permittivité relative complexe du Mica en fonction de la fréquence.

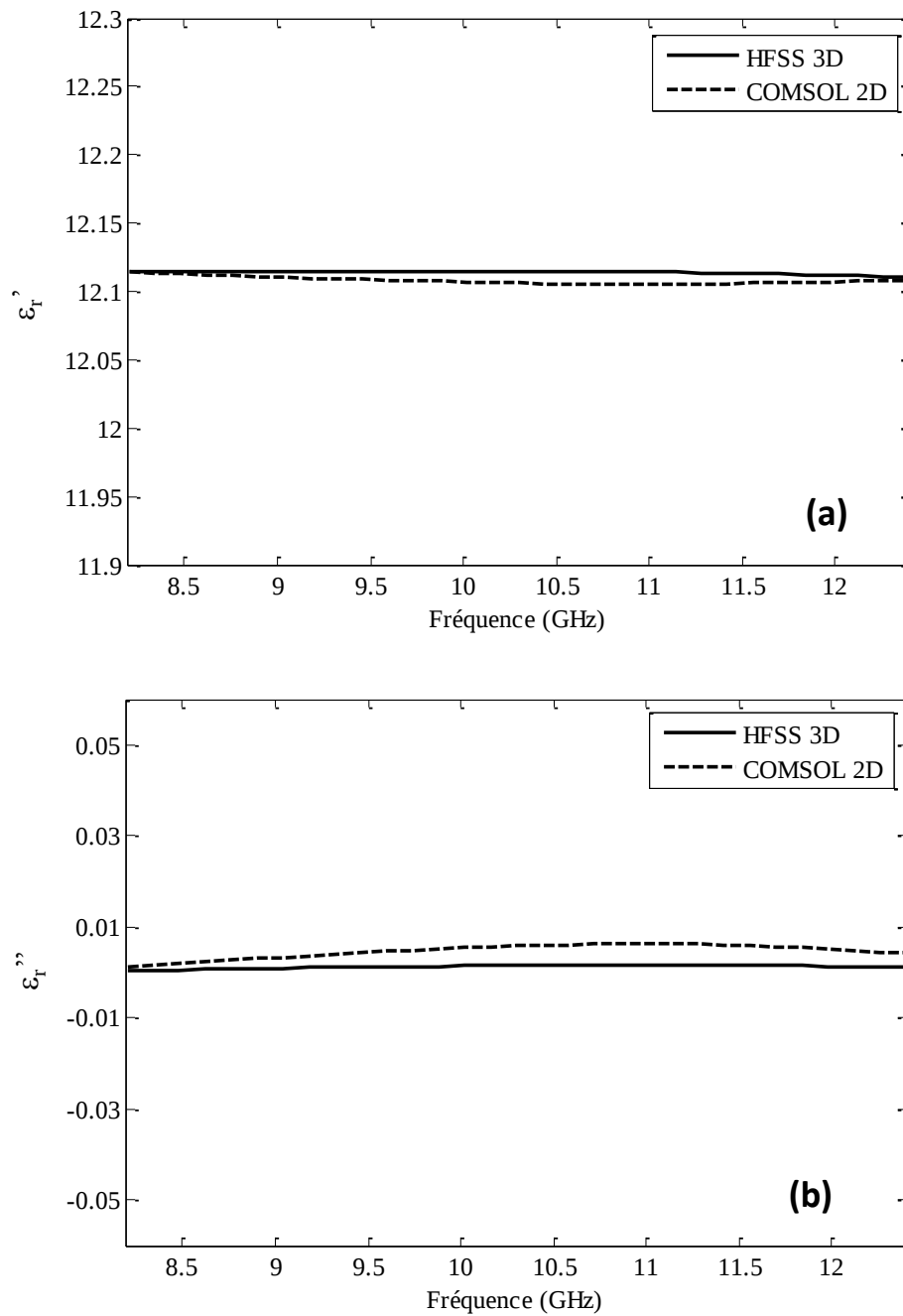


Figure II. 5. Evolution des parties réelle (a) et imaginaire (b) de la permittivité relative complexe du Silicium en fonction de la fréquence

II.2.3. Validation expérimentale

a. Dispositifs de mesures en bandes X et Ku

Les dispositifs de mesure en transmission / réflexion (T/R) des paramètres S_{ij} de la cellule de mesure sont représentés sur les figures II.6 et II.7. Les guides d'onde rectangulaires WR90 et WR62, de sections respectives $(22.86 \times 10.16) \text{ mm}^2$ et $(15.8 \times 7.9) \text{ mm}^2$, sont utilisés pour la caractérisation d'un ensemble de matériaux diélectriques en bandes X (8.2-12.4) GHz et Ku (12.4-18) GHz. Les échantillons d'épaisseur $d=10 \text{ mm}$ sont taillés aux mêmes sections des guides d'onde rectangulaires. En bande X, les échantillons sont insérés au milieu dans un tronçon de guide WR90 de 80 mm qui éloigne les transitions coaxial-guide de l'échantillon, afin d'assurer la propagation seule du mode TE_{10} . Ces transitions assurent aussi le passage du mode de propagation TEM (Transverse Electrique Magnétique) au mode de propagation TE_{10} . Elles sont connectées par l'intermédiaire d'un câble coaxial à l'analyseur de réseau vectoriel PNA E8634A afin de mesurer les coefficients de transmission et de réflexion. En bande Ku, les échantillons sont insérés dans un porte échantillon d'épaisseur 13.4 mm. Ce porte-échantillon est lié directement cette fois-ci aux transitions coaxial-guide afin d'évaluer les performances de la technique à éliminer les modes d'ordres supérieurs, surtout lors des mesures sans calibrage de l'ARV. En cas de mesures calibrées, la technique de calibrage TRL (Thru Reflect Line) est utilisée [79]. Toutes les mesures expérimentales ont été effectuées en 201 points fréquentiels pour chaque bande. Les mesures de la caractérisation micro-onde ont été réalisées au département du génie des télécommunications de l'Université de Cantabria en Espagne.

b. Résultats expérimentaux et discussion

Nous utilisons la technique de caractérisation proposée pour déterminer la permittivité relative complexe de neuf échantillons diélectriques :

- **Peek** : c'est le polyétheréthercétone, désigné par le sigle PEEK (Poly Ether Ether Ketone), est un polymère commercialisé en 1978 par la société britannique Imperial Chemical Industries (ICI). Le Peek est un thermoplastique semi-cristallin thermostable de prix élevé. Il est utilisé par exemple pour renforcer des structures en fibre de carbone ou comme revêtement des pièces mécaniques non lubrifiées, aussi pour des prothèses chirurgicales. Le Peek a de très bonnes propriétés diélectriques et d'isolation électrique.
- **Delrin** : c'est un plastique cristallin qui trouve des applications dans l'automobile, le bâtiment, l'électronique et les produits grand public. Sa composition chimique et sa cristallinité lui confère des propriétés physiques présentant un compromis entre les métaux et les autres plastiques. Parmi ses caractéristiques : 1) rigidité et résistance à la traction et au choc, 2) résistance à l'humidité, 3) bonnes caractéristiques d'isolation électrique, 4) large plage de température de service.

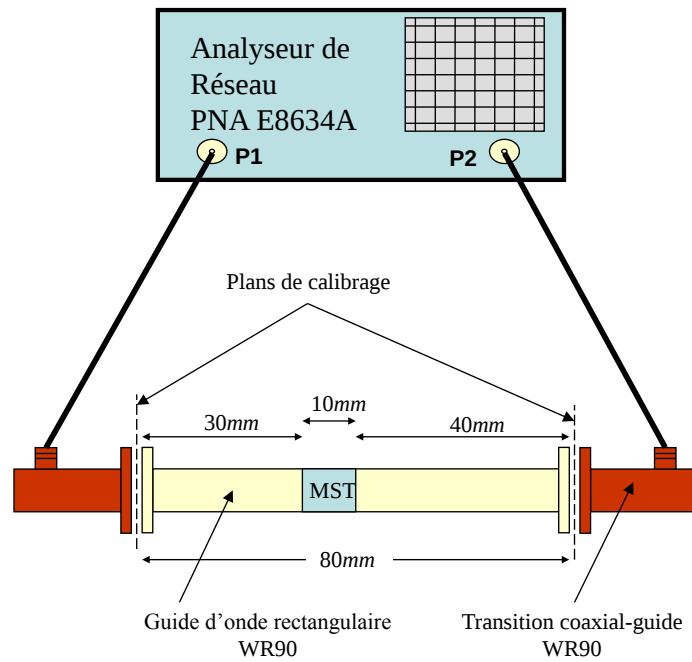


Figure II. 6. Dispositif de mesure en transmission / réflexion en bande X

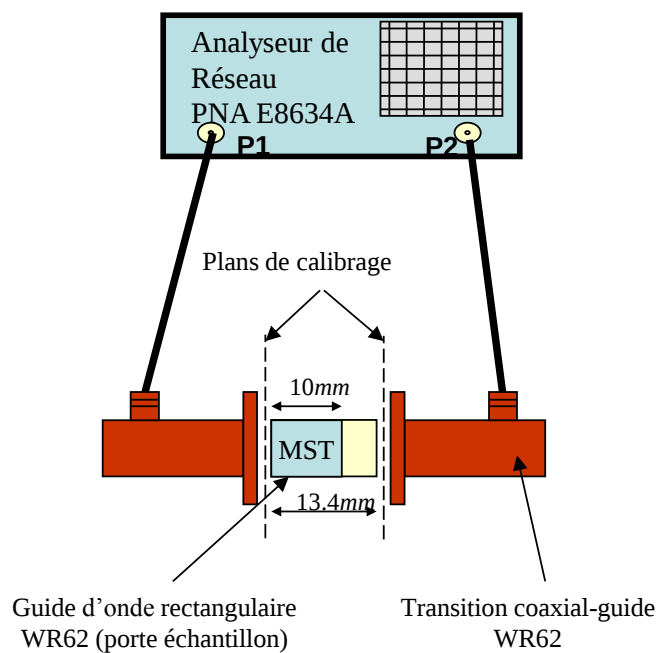


Figure II. 7. Dispositif de mesure en transmission / réflexion en bande Ku

- **Nylatron** : c'est un diélectrique de la famille des plastiques en nylon, il est utilisé pour mouler des pièces en plastique pour machines en raison de ses propriétés mécaniques et sa résistance à l'usure. Le Nylatron est utilisé aussi dans les actionneurs et les sélecteurs rotatifs.
- **Arnite** : c'est un thermoplastique à hautes performances, combinant rigidité et excellentes propriétés électriques mêmes à des températures élevées.
- **Celotex** : matière souvent utilisée dans l'isolation thermique des bâtiments.
- **Téflon**
- **Plexiglas**
- **PVC**
- **Bois naturel**

D'après notre connaissance, l'information sur la permittivité complexe des cinq premiers matériaux en bandes X et Ku n'est plus citée dans la littérature. Vu sa stabilité, le Téflon ($\epsilon_{r1}^* = 2.04 - j0.016$) est utilisé comme diélectrique de référence pour la caractérisation des autres échantillons. L'évolution de la permittivité relative complexe du Téflon en bandes X et Ku est présentée sur les figures II.8 et II.9. L'air est considéré comme diélectrique de référence.

Les mesures des paramètres S_{ij} à vide et en cas du Téflon sont effectuées une seule fois. Un seul échantillon de chaque matériau à caractériser est nécessaire pour extraire sa permittivité complexe. Nous commençons par présenter les valeurs moyennes des permittivités complexes et les pourcentages des erreurs relatives sur les parties réelles et imaginaires entre les mesures avec et sans calibrage de l'ARV. Les tableaux II.1 et II.2 présentent les valeurs moyennes de la permittivité relative complexe des MST : $\langle \epsilon_{calib}^* \rangle$ et $\langle \epsilon_{scalib}^* \rangle$ calculées à partir des résultats avec et sans calibrage de l'ARV respectivement. Les moyennes standards sont définies comme suit :

$$\langle \epsilon_{calib, Scalib}^* \rangle = \frac{\sum_{i=1}^{201} \epsilon_{calib, Scalib}^*}{201} \quad (II.11)$$

Sachons que le nombre des points fréquentiels de mesure est 201 points pour chaque bande. Sur les mêmes tableaux (II.1 et II.2) sont présentées aussi les valeurs moyennes (en %) des erreurs relatives définies comme suit :

$$\langle \%Erreur \epsilon' \rangle = \left| \frac{\langle \epsilon'_{scalib} \rangle - \langle \epsilon'_{calib} \rangle}{\langle \epsilon'_{calib} \rangle} \right| \times 100 \quad (II.12)$$

$$\langle \%Erreur \epsilon'' \rangle = \left| \frac{\langle \epsilon''_{scalib} \rangle - \langle \epsilon''_{calib} \rangle}{\langle \epsilon''_{calib} \rangle} \right| \times 100 \quad (II.13)$$

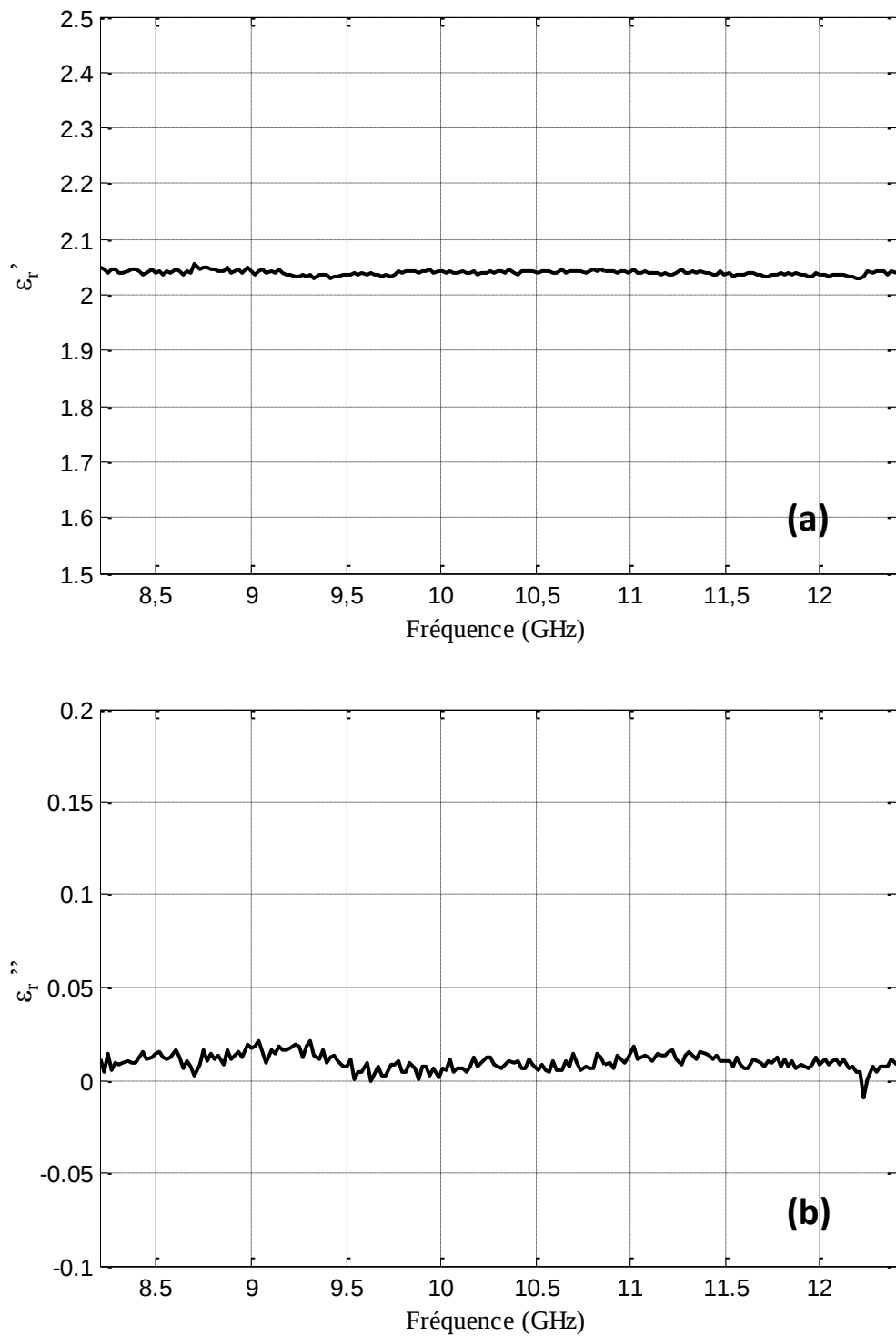


Figure II. 8. Permittivité relative complexe du Téflon en bande X avec calibrage de l'ARV.

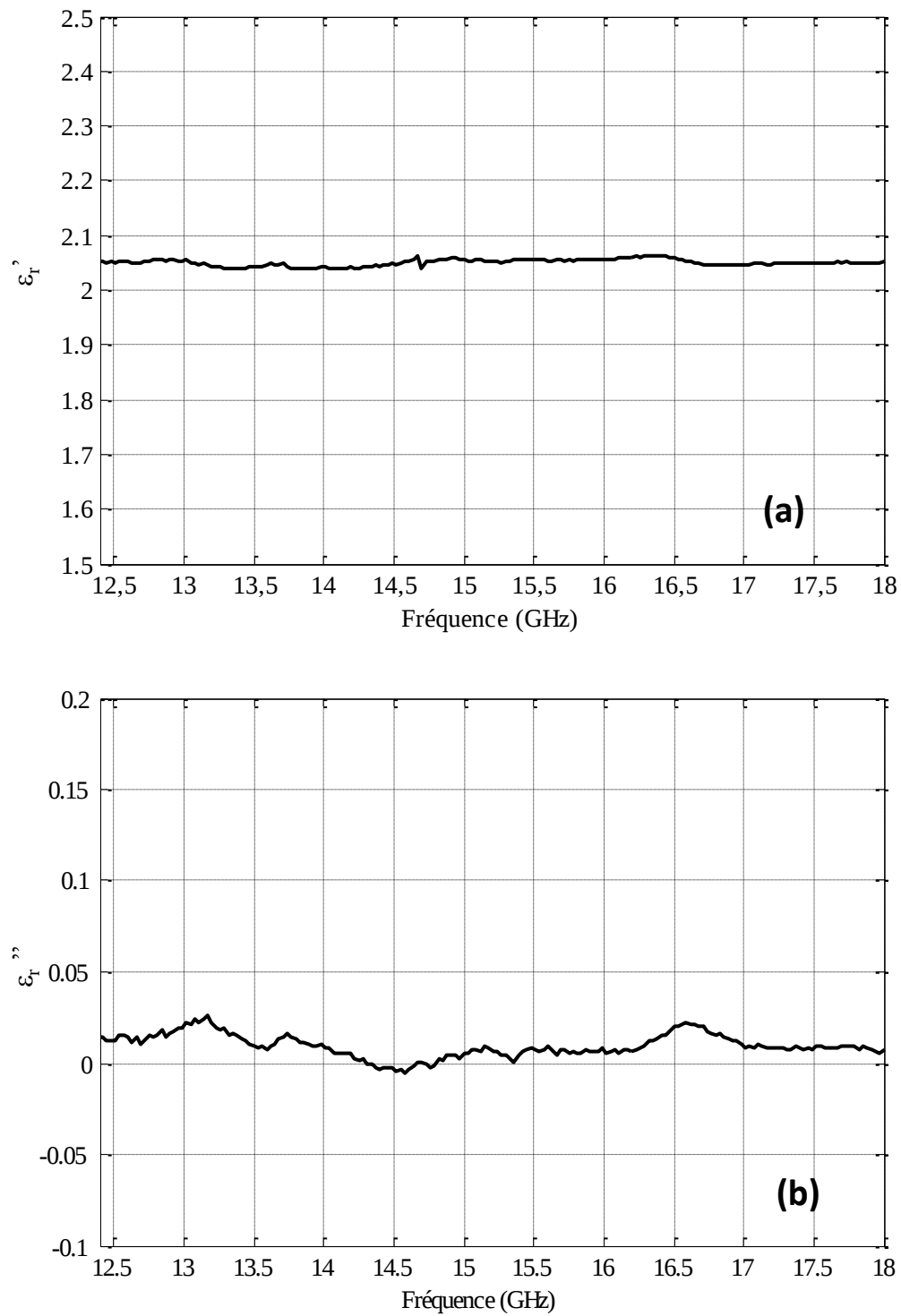


Figure II. 9. Permittivité relative complexe du Téflon en bande Ku avec calibrage de l'ARV.

Matériaux	$\langle \varepsilon^*_{\text{Scalib}} \rangle$	$\langle \varepsilon^*_{\text{calib}} \rangle$	$\langle \% \text{Erreur } \varepsilon' \rangle$	$\langle \% \text{Erreur } \varepsilon'' \rangle$
Peek	3.2033-j0.0138	3.2032-j0.0130	0.000	6.15
Delrin	2.9372-j0.0825	2.9380-j0.0805	0.027	2.48
Nylatron	3.2290-j0.0845	3.2284-j0.0804	0.018	5.01
Arnite	3.0955-j0.0249	3.0949-j0.0232	0.019	7.32
Celotex	4.0230-j0.3526	4.0222-j0.3488	0.019	1.09
Téflon	2.04-j0.011	2.0401-j0.0118	0.005	7.20
Plexiglas	2.6615-j0.0287	2.6619-j0.0262	0.015	8.71
PVC	2.3135-j0.0048	2.3136-j0.0042	0.004	12.50
Bois naturel	2.6454-j0.3192	2.6437-j0.3155	0.064	1.17

Tableau II. 1. Valeurs moyennes des permittivités relatives complexes des différents matériaux diélectriques en bande X et erreurs relatives moyennes

Matériaux	$\langle \varepsilon^*_{\text{Scalib}} \rangle$	$\langle \varepsilon^*_{\text{calib}} \rangle$	$\langle \% \text{Erreur } \varepsilon' \rangle$	$\langle \% \text{Erreur } \varepsilon'' \rangle$
Peek	3.2209-j0.0214	3.2199-j0.0209	0.009	2.39
Delrin	2.9139-j0.0778	2.9149-j0.0782	0.034	0.51
Nylatron	3.2288-j0.1008	3.2308-j0.1014	0.062	0.60
Arnite	3.0838-j0.0322	3.0834-j0.0316	0.013	1.90
Celotex	4.0112-j0.3485	4.0071-j0.3454	0.102	0.89
Téflon	2.0544-j0.0152	2.0563-j0.0165	0.009	7.87
Plexiglas	2.6648-j0.0249	2.6648-j0.0248	0.000	0.40
PVC	2.3210-j0.0202	2.3207-j0.0204	0.013	0.98
Bois naturel	2.6070-j0.3044	2.6122-j0.3081	0.200	1.20

Tableau II. 2. Valeurs moyennes des permittivités relatives complexes des différents matériaux diélectriques en bande Ku et erreurs relatives moyennes

Le calcul des moyennes et des erreurs relatives sur les permittivités obtenues montrent que $\langle \% \text{Erreur } \varepsilon' \rangle$ est très faible (proche de zéro), mais $\langle \% \text{Erreur } \varepsilon'' \rangle$ est plus grand (inférieur à 5.7% en moyenne en bande X et à 1.86% en moyenne en bande Ku) pour les MST choisis. Ceci est un phénomène commun entre les techniques de caractérisation guidée [105,106]. Il apparaît que cette méthode s'adapte aussi à la caractérisation des matériaux à moyennes pertes comme le Celotex et le bois naturel.

En considérant que les conditions expérimentales sont les mêmes pour tous les échantillons diélectriques, les erreurs relatives entre les résultats issus des mesures avec et sans calibrage de l'ARV sont dues : (1) à l'incertitude sur l'épaisseur entre l'échantillon de référence (Téflon) et le MST, (2) à l'incertitude sur la position des MST dans le guide d'onde et (3) à la méthode dont on élimine les erreurs systématiques du dispositif : élimination mathématique par la technique proposée et élimination expérimentale via le calibrage de l'ARV.

Ci-après, nous présentons sur les figures II.10 et II.11 l'évolution de la permittivité relative complexe du Téflon (l'air comme référence) et du Celotex (Téflon comme référence) en fonction de la fréquence en bandes X et Ku respectivement. Les résultats sont issus du dépouillement des mesures calibrées et non calibrées par la technique proposée. On remarque que les mesures non calibrées permettent d'avoir une évolution de la permittivité $\varepsilon_{\text{Scalib}}^*$ à caractère « bruité » par rapport aux mesures calibrées $\varepsilon_{\text{calib}}^*$. Mais les valeurs moyennes (tableau II.1) sont très proches [91,101]. Une explication peut être accordée : les matrices d'erreurs x et y ne peuvent pas modéliser entièrement les erreurs systématiques du dispositif expérimental et pratiquement, les matrices x et y changent d'une mesure à une autre. Cependant, on peut réduire l'influence des erreurs résiduelles par application de l'algorithme de la moyenne mobile (4 points) aux résultats des permittivités obtenues. Graphiquement, une stabilité meilleure que celle des mesures calibrées est obtenue (figures II.10 et II.11).

Sur les figures II.12 et II.13, on présente l'évolution de la permittivité relative complexe de l'ensemble des matériaux cités dans les tableaux II.1 et II.2 en bandes X et Ku. Le Téflon est le diélectrique de référence. La majorité des valeurs des parties réelles sont très stables à l'exception du Celotex et du bois naturel qui décroissent sensiblement en fonction de la fréquence. Les parties imaginaires ne sont pas stables en comparaison avec les parties réelles, d'où l'augmentation des valeurs moyennes $\langle \% \text{Erreur } \varepsilon'' \rangle$.

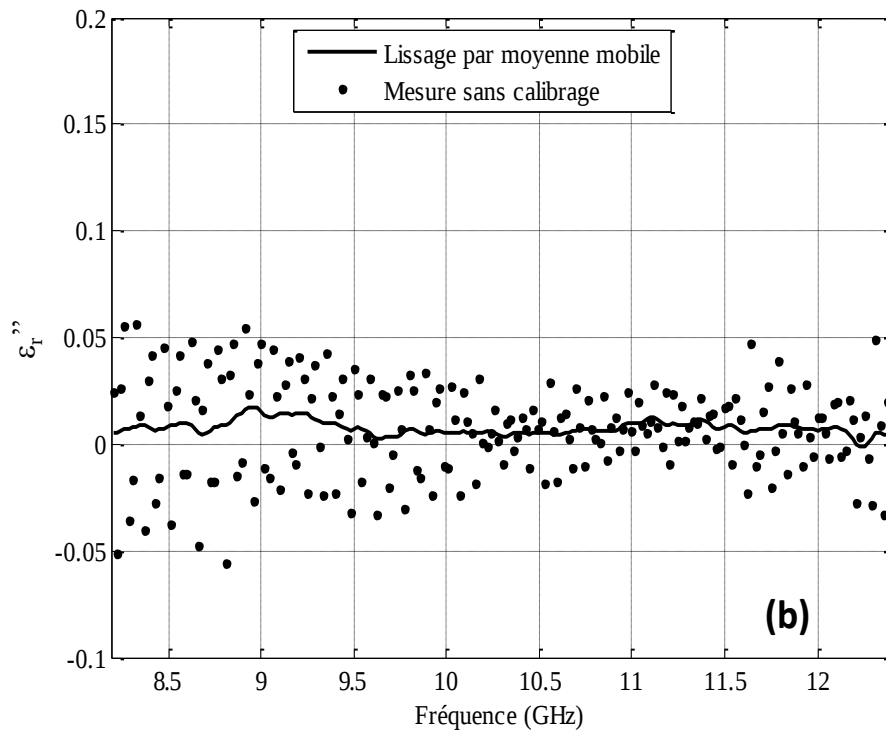
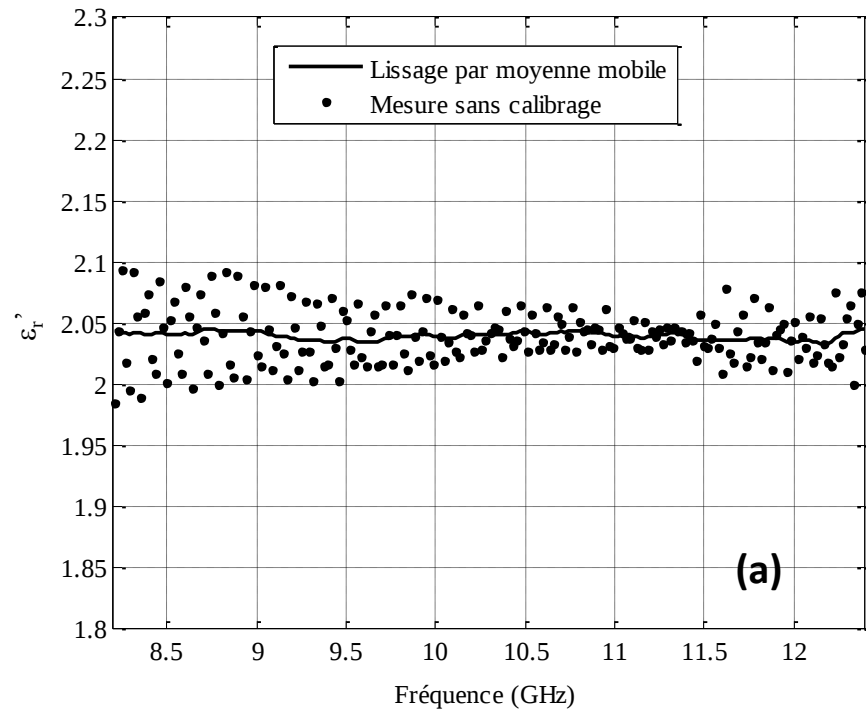


Figure II. 10. *Mesure expérimentale de la permittivité relative complexe du Téflon en bande X avec et sans calibration de l'ARV*

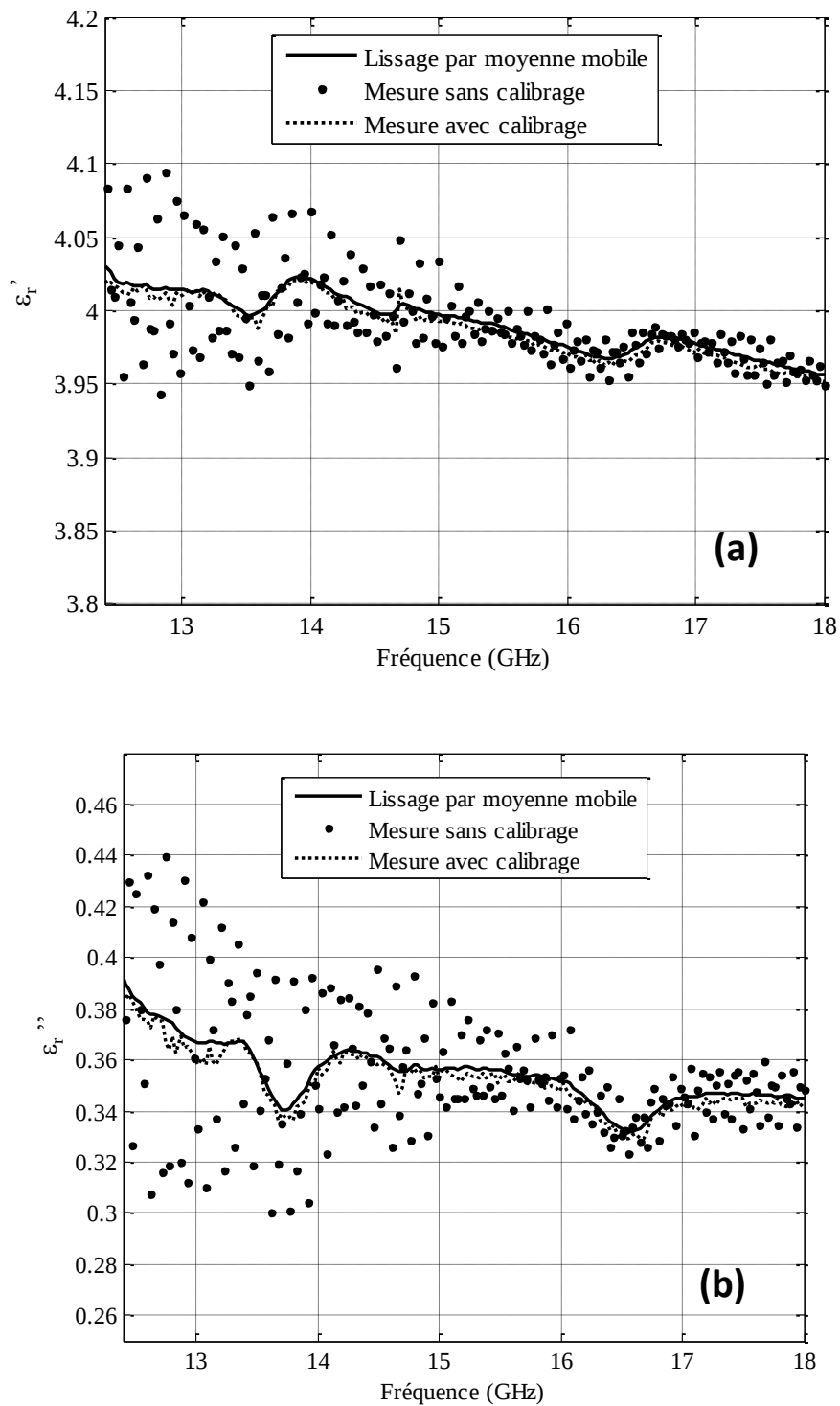


Figure II. 11. Mesure expérimentale de la permittivité relative complexe du Celotex en bande Ku avec et sans calibrage de l'ARV

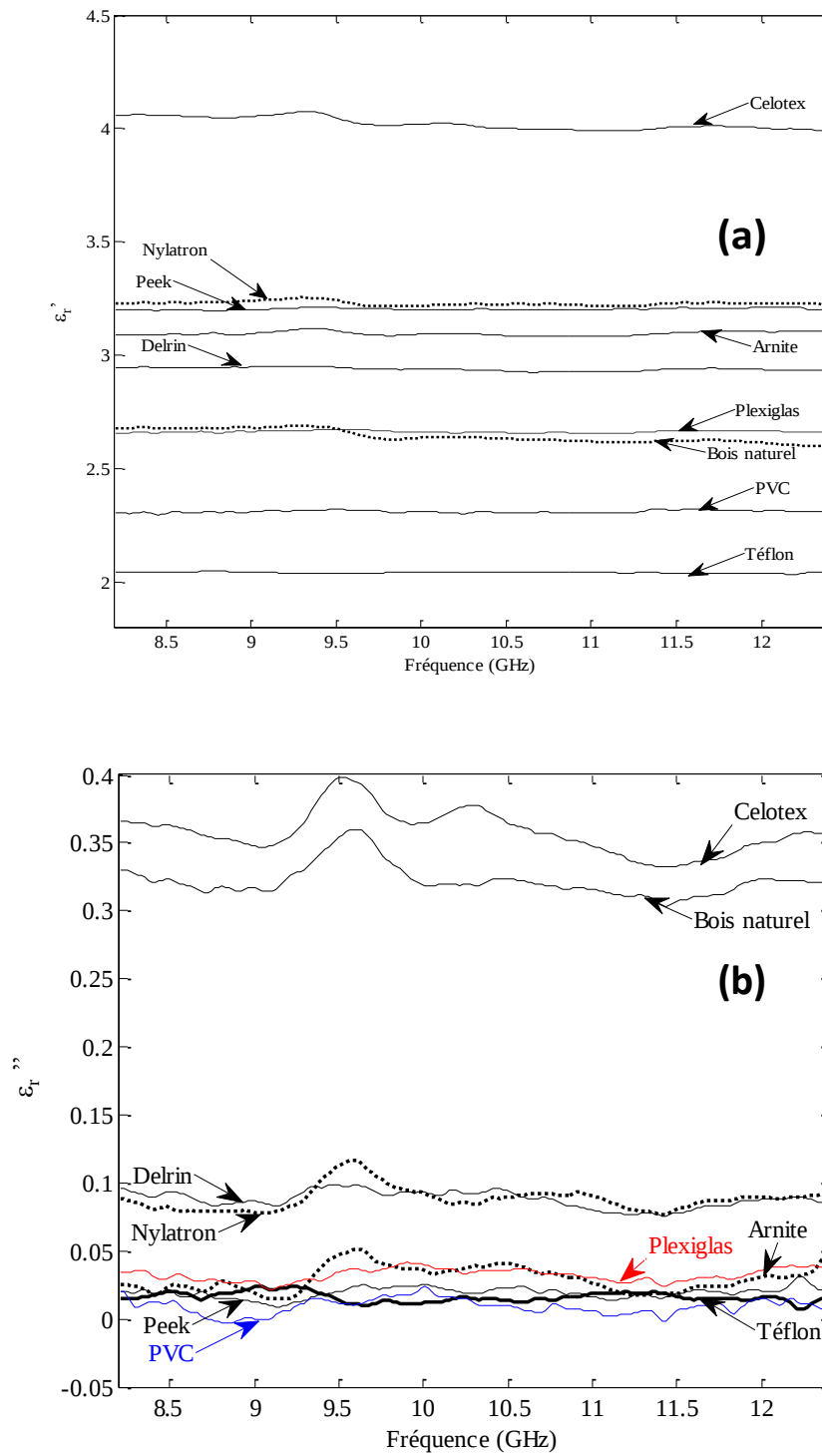


Figure II. 12. Evolution de la permittivité relative complexe en fonction de la fréquence en bande X.

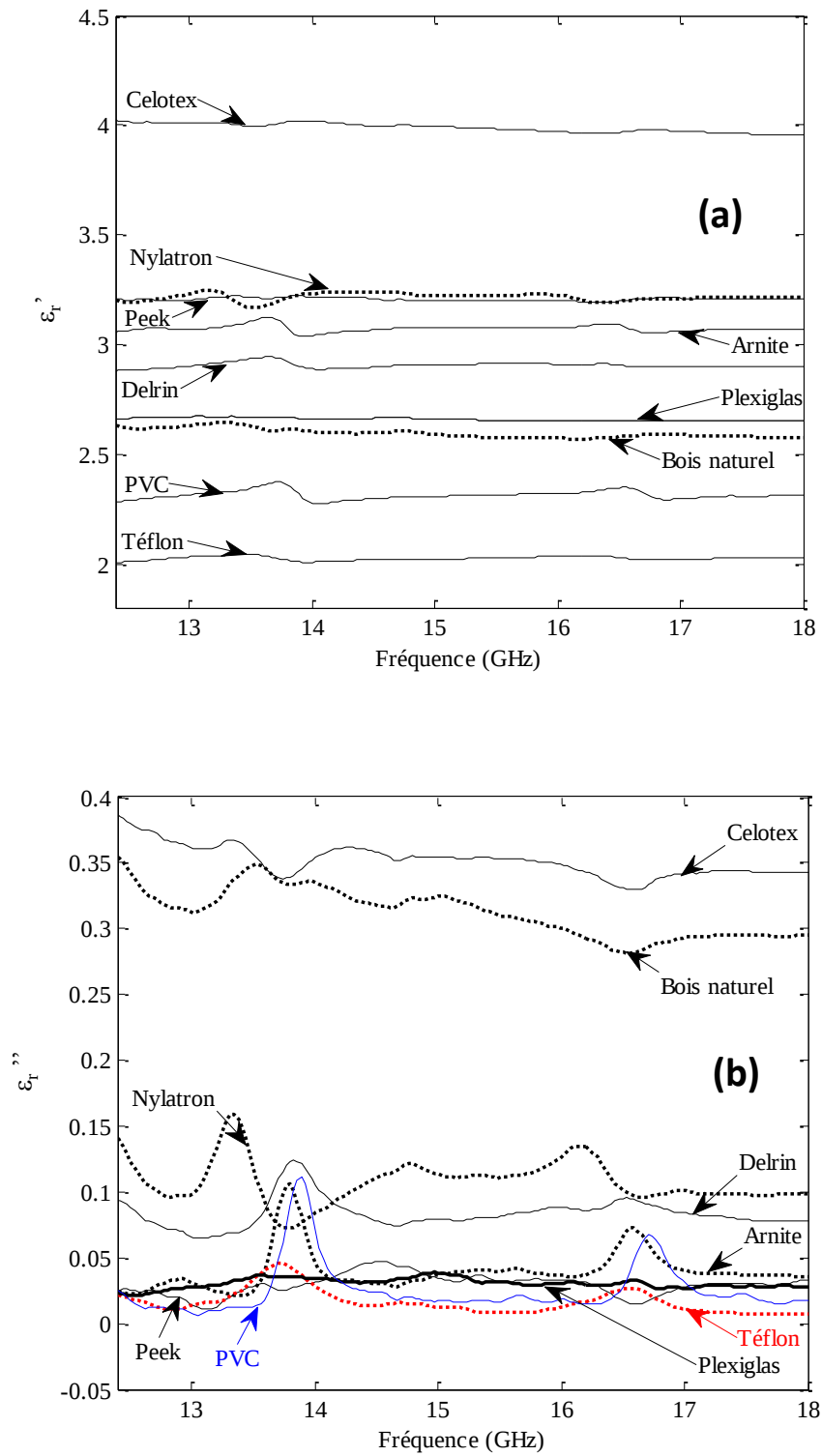


Figure II. 13. Evolution de la permittivité relative complexe en fonction de la fréquence en bande Ku.

II.2.4. Conclusion

Dans cette partie, nous avons développé une nouvelle méthode de caractérisation micro-onde des matériaux diélectriques dans les bandes X et Ku. Cette technique en transmission / réflexion est itérative nécessitant une valeur initiale de la permittivité et une résolution non-linéaire. La technique s'adapte aux mesures avec et sans calibrage de l'analyseur de réseau vectoriel. Elle nécessite deux mesures : la première est avec un guide d'onde rectangulaire vide ou partiellement rempli par un diélectrique de référence dont la permittivité est stable et bien connue sur la bande fréquentielle étudiée. La deuxième mesure est effectuée dans les mêmes conditions de travail où le guide d'onde est partiellement rempli par le matériau à caractériser. La méthode présentée a été validée par des matériaux connus et autres nouvellement caractérisés en micro-onde comme le Celotex, le Peek, le Delrin et l'Arnite. Les erreurs relatives moyennes entre les mesures calibrées et non calibrées sont calculées pour chaque échantillon. Les erreurs sur les parties réelles des permittivités tendent vers zéro, alors que les erreurs sur les parties imaginaires ne dépassent pas quelques pourcents.

II.3. Technique en guide d'onde rectangulaire court-circuité

Parmi les techniques de caractérisation micro-onde, les techniques basées sur les guides d'onde rectangulaires sont souvent utilisées pour déterminer la permittivité relative complexe des matériaux solides, liquides, homogènes ou composites [26,57,107,108]. On trouve aussi des méthodes qui sont basées sur la mesure du coefficient de réflexion seul avec guide d'onde court-circuité [109] ou à charge adaptée [99]. Les méthodes en transmission / réflexion ou en réflexion sont employées pour caractériser les échantillons à faible épaisseur (FEp) [98,99,110,111,112].

Dans le cadre des techniques de caractérisation des échantillons diélectriques à FEp, en 1988, K. Sarabandi et son coéquipier F. T. Ulaby ont traité dans leur article [99] une technique d'extraction de la permittivité complexe d'un échantillon à FEp placé dans un guide d'onde rectangulaire. La permittivité ϵ_r^* est calculée via la mesure du coefficient de réflexion Γ seul. L'expression exacte de Γ a été simplifiée dans le cas des spécimens diélectriques d'épaisseur moins d'un millimètre. Ils ont obtenus alors des expressions explicites de ϵ_r^* pour des approximations en 1^{er} et en 2^{ème} ordre des termes trigonométriques. Mais, un petit décalage en position de l'échantillon génère d'énormes erreurs sur ϵ_r^* lors du dépouillement des mesures expérimentales de Γ . D'autre part, dans l'article de B. K. Chung [98], la permittivité relative est extraite du coefficient de transmission T seul. Chung a obtenu une expression explicite de ϵ_r^* du 2^{ème} ordre d'approximation. Cette méthode élimine à un certain degré de

succès le problème de positionnement de l'échantillon rencontré dans la technique de Sarabandi.

Dans cette partie, nous proposons de valider par simulation numérique à l'aide du logiciel HFSS une autre nouvelle méthode de caractérisation micro-onde. Cette méthode est basée sur le coefficient de réflexion d'un guide d'onde rectangulaire court-circuité. L'échantillon à FEp est en contact direct avec le plan métallique du court-circuit (figure II.14). Cependant, le problème de positionnement du MST est définitivement éliminé.

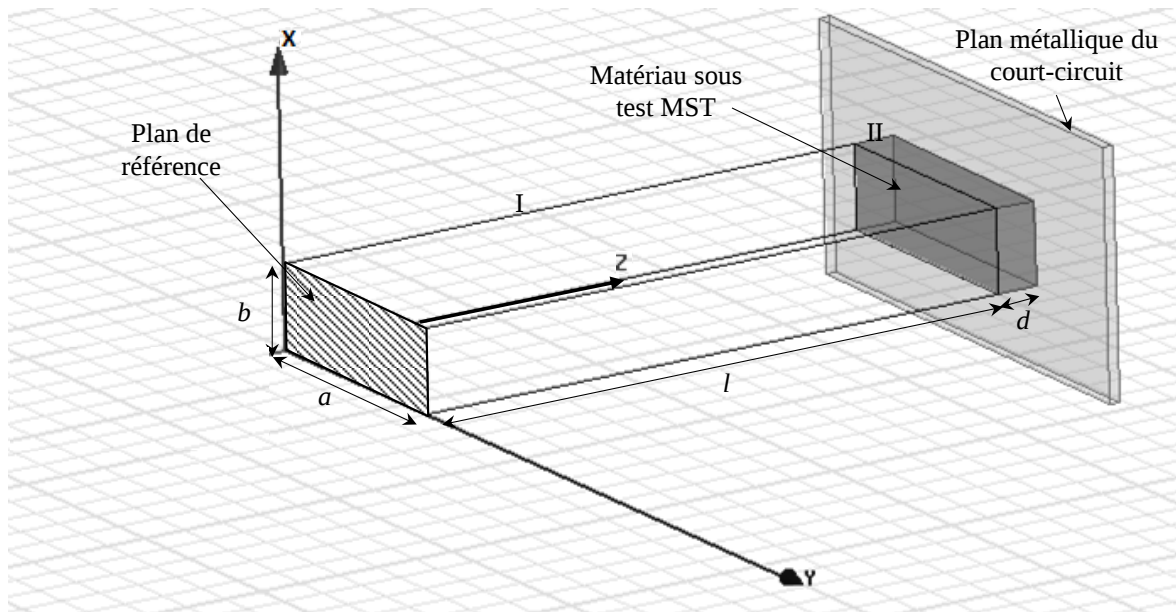


Figure II. 14. *Modèle graphique de simulation du guide d'onde WR90 court-circuité*

Les termes trigonométriques de l'expression exacte de Γ au niveau du plan de référence sont écrits en développement limité en série de Taylor dans le cas des MST à FEp. Cette technique utilise des approximations d'ordres supérieurs. La précision sera évaluée en comparant la permittivité obtenue avec la valeur exacte et les valeurs calculées par les méthodes de Sarabandi et Chung. Dans l'objectif de déterminer la permittivité relative complexe la plus précise possible, l'expression exacte de Γ est résolue itérativement via l'algorithme de Newton-Raphson dont la valeur initiale du processus itératif est celle solution de l'expression approchée de Γ . Cependant, le problème de connaissance de la valeur initiale rencontré dans les techniques itératives est ainsi surmonté. Une fois la valeur initiale est connue, on peut procéder aussi à une caractérisation traditionnelle [109] en guide d'onde court-circuité dans le cas où on peut avoir un autre échantillon épais du même matériau.

En utilisant le logiciel HFSS de simulation 3D des structures électromagnétiques, la structure de la figure II.14 est implémentée puis simulée en bande X. Les permittivités relatives complexes du Téflon, bois et eau distillée ont été redéterminées via la méthode proposée.

Nous nous sommes convaincus que cette technique permet une caractérisation micro-onde d'une large gamme de matériaux : liquides, solides, composites granulaires ou nano-composites même aux températures élevées [26,57,107].

II.3.1. Théorie de la méthode

Considérons un guide d'onde rectangulaire de dimensions (axb) court-circuité (figure II.14) contenant un échantillon placé sur le plan perpendiculaire à la direction de propagation Oz . L'échantillon est en contact direct avec le plan métallique du court-circuit sans aucun espace d'air. Il occupe tout le plan de coupe du guide. Le plan de référence est suffisamment éloigné de l'échantillon pour s'assurer que seul le mode fondamental TE_{10} se propage. Durant toute l'analyse, le spécimen est assumé isotrope, symétrique, homogène et non magnétique ($\mu_r^*=1$). L'échantillon d'épaisseur d est localisé à $z=l$. l est la distance entre l'interface air/échantillon et le plan de référence. Dans le but d'établir une relation entre le coefficient de réflexion $S_{11}=\Gamma$ et la permittivité relative complexe $\epsilon_r^*=\epsilon_r'-j\epsilon_r''$ de l'échantillon, nous allons développer les expressions des champs électriques et magnétiques dans les régions I et II (figure II.14) et appliquer les conditions aux limites des champs aux interfaces air/échantillon et échantillon/métal.

Nous pouvons écrire la distribution spatiale du champ électrique dans les régions I et II pour un champ incident normalisé à 1 :

$$E_I = \exp(-\gamma_0 z) + C_1 \exp(\gamma_0 z) \quad \text{pour } 0 \leq z \leq l \quad (\text{II.14})$$

$$E_{II} = C_2 \exp(-\gamma z) + C_3 \exp(\gamma z) \quad \text{pour } l \leq z \leq l+d \quad (\text{II.15})$$

Avec :

$$\gamma_0 = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{1 - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2} \quad (\text{II.16})$$

$$\gamma = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{\epsilon_r^* \mu_r^* - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2} \quad (\text{II.17})$$

Avec γ_0 et γ sont respectivement les constantes de propagation dans le vide et dans l'échantillon, λ_0 et λ_c correspondent aux longueurs d'onde en espace libre et de coupure du guide d'onde rectangulaire respectivement. ϵ_r^* et μ_r^* sont respectivement la permittivité et la perméabilité relatives complexes de l'échantillon. Le terme harmonique $\exp(j\omega t)$ est supposé implicitement. Les coefficients C_1 , C_2 et C_3 sont déterminés par application des conditions aux limites suivantes :

- Continuité de la composante tangentielle du champ électrique à l'interface air/échantillon :

$$E_I(z=l) = E_{II}(z=l) \quad (\text{II.18})$$

- Champ électrique est nul à l'interface échantillon/métal :

$$E_{II}(z=l+d) = 0 \quad (\text{II.19})$$

- Continuité de la composante normale du champ magnétique à l'interface air/échantillon :

$$\frac{1}{\mu_0} \frac{\partial E_I(z=l)}{\partial z} = \frac{1}{\mu^*} \frac{\partial E_{II}(z=l)}{\partial z} \quad (\text{II.20})$$

μ_0 et μ sont respectivement la perméabilité du vide et de l'échantillon. C_1 est le coefficient de réflexion dans la région I. Par application de ces conditions aux limites aux équations (II.14) et (II.15), nous obtenons les trois équations suivantes :

$$\alpha + \frac{C_1}{\alpha} = C_2\beta + \frac{C_3}{\beta} \quad (\text{II.21})$$

$$C_2\beta\beta' = -\frac{C_3}{\beta\beta'} \quad (\text{II.22})$$

$$\frac{1}{\mu_0} \left(-\gamma_0\alpha + \frac{\gamma_0 C_1}{\alpha} \right) = \frac{1}{\mu^*} \left(-C_2\gamma\beta + C_3 \frac{\gamma}{\beta} \right) \quad (\text{II.23})$$

Avec :

$$\alpha = \exp(-\gamma_0 l) \quad (\text{II.24})$$

$$\beta = \exp(-\gamma l) \quad (\text{II.25})$$

$$\beta' = \exp(-\gamma d) \quad (\text{II.26})$$

Le système des équations (II.21), (II.22) et (II.23) peut s'écrire sous la forme matricielle suivante :

$$\underbrace{\begin{pmatrix} \frac{1}{\alpha} & -\beta & -\frac{1}{\beta} \\ 0 & \beta\beta' & \frac{1}{\beta\beta'} \\ \frac{\gamma_0}{\mu_0\alpha} & \frac{\gamma\beta}{\mu^*} & -\frac{\gamma}{\mu^*\beta} \end{pmatrix}}_{(\Delta)} \begin{pmatrix} C_1 \\ C_2 \\ C_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\alpha \\ 0 \\ \frac{\gamma_0\alpha}{\mu_0} \end{pmatrix} \quad (\text{II.27})$$

Le coefficient de réflexion $C_1=S_{11}$ est obtenu en calculant l'inverse de la matrice (Δ) .

$$C_1 = S_{11} = \alpha^2 \frac{\mu_r^* \gamma_0 \frac{1-\beta'^2}{1+\beta'^2} - \gamma}{\mu_r^* \gamma_0 \frac{1-\beta'^2}{1+\beta'^2} + \gamma} \quad (\text{II.28})$$

Pour $\mu_r^*=1$:

$$C_1 = S_{11} = \alpha^2 \frac{\tanh(\gamma d) - \frac{\gamma}{\gamma_0}}{\tanh(\gamma d) + \frac{\gamma}{\gamma_0}} \quad (\text{II.29})$$

L'équation (II.29) peut être résolue itérativement via un algorithme de résolution des équations non-linéaires comme celui de Newton-Raphson si on connaît une valeur initiale proche de la solution exacte. $\alpha^2 = \exp(-2\gamma_0 l)$ est le facteur de transformation qui ramène le coefficient de réflexion de l'interface air/échantillon au plan de référence.

II.3.2. Cas d'échantillons à faible épaisseur

En cas de caractérisation d'échantillons diélectriques à faible épaisseur (FEp), des approximations peuvent être apportées aux expressions exactes des coefficients de réflexion ou de transmission dans le but d'obtenir une expression explicite de la permittivité. Cependant, cette expression explicite est influencée par l'intervalle de validité de l'épaisseur du spécimen à caractériser et encore par ses pertes diélectriques.

a. Technique de Sarabandi : caractérisation en réflexion

L'échantillon d'épaisseur d est insérer au milieu d'un guide rectangulaire (axb) terminé par une charge adaptée. En supposant que seul le mode fondamental TE_{10} se propage dans la structure, Sarabandi [99] a établi l'expression exacte du coefficient de réflexion Γ :

$$\Gamma = \frac{-j \left(\left(\frac{k_{z2}}{k_z} \right)^2 - 1 \right) \sin(k_{z2}d)}{2 \left(\frac{k_{z2}}{k_z} \right) \cos(k_{z2}d) + j \left(\left(\frac{k_{z2}}{k_z} \right)^2 + 1 \right) \sin(k_{z2}d)} \quad (\text{II.30})$$

Avec :

$$k_z = \frac{\pi}{\lambda_0 a} \sqrt{4a^2 - \lambda_0^2} \quad (\text{II.31})$$

$$k_{z2} = \frac{\pi}{\lambda_0 a} \sqrt{4\varepsilon_r^* a^2 - \lambda_0^2} \quad (\text{II.32})$$

En cas d'échantillon à faible épaisseur (FEp), le terme $k_{z2}d$ est petit et on peut utiliser des approximations du second degré :

$$\sin(k_{z2}d) \approx k_{z2}d \quad (\text{II.33})$$

$$\cos(k_{z2}d) \approx 1 - \frac{1}{2} (k_{z2}d)^2 \quad (\text{II.34})$$

L'expression (II.30) est simplifiée :

$$\Gamma \approx \Gamma_{(2)} = \frac{-(\varepsilon_r^* - 1)}{\left[1 - \frac{1}{2} \left(\frac{\lambda_0}{a} \right)^2 - jdk_z \left(\frac{\lambda_0}{2a} \right)^2 - 2j \frac{k_z}{dk^2} \right] + (1 + jdk_z) \varepsilon_r^*} \quad (\text{II.35})$$

A partir de (II.35), la permittivité relative complexe est explicitée par :

$$\varepsilon_r^* = \frac{1 - \left[1 - \frac{1}{2} \left(\frac{\lambda_0}{a} \right)^2 - jdk_z \left(\frac{\lambda_0}{2a} \right)^2 - 2j \frac{k_z}{dk^2} \right] \Gamma}{1 + (1 + jdk_z) \Gamma} \quad (\text{II.36})$$

$$\text{Avec : } k = \frac{2\pi}{\lambda_0} \quad (\text{II.37})$$

Pour une approximation du premier ordre ($\cos(k_{z2}d) \approx 1$), l'expression (II.30) est simplifiée :

$$\Gamma \approx \Gamma_{(1)} = \left[\frac{2jk_z}{dk^2(\varepsilon_r^* - 1)} - \frac{\varepsilon_r^* + \left(1 - \frac{1}{2} \left(\frac{\lambda_0}{a}\right)^2\right)}{\varepsilon_r^* - 1} \right]^{-1} \quad (\text{II.38})$$

A partir de (II.38), on obtient l'expression simplifiée du premier ordre d'approximation de la permittivité relative :

$$\varepsilon_r^* = \frac{1 - \left(1 - \frac{\lambda^2}{2a^2} - 2j \frac{k_z}{dk^2}\right) \Gamma}{(1 + \Gamma)} \quad (\text{II.39})$$

Dans la suite, nous comparerons nos approximations avec l'approximation du second ordre de la méthode en réflexion de Sarabandi. Positionner avec précision un échantillon à FEp au milieu d'un guide d'onde rectangulaire est le point faible majeur de cette technique. Un petit décalage provoque d'énormes erreurs sur la permittivité.

b. Technique de Chung : caractérisation en transmission

B. K. Chung a montré dans son article [98] qu'en apportant des approximations sur les termes trigonométriques du coefficient de transmission T , ceci réduit considérablement les erreurs provoquées par l'incertitude sur le positionnement de l'échantillon à FEp dans le guide. Le coefficient de transmission T a pour expression exacte :

$$T = \frac{2 \frac{k_{z2}}{k_z}}{2 \frac{k_{z2}}{k_z} \cos(k_{z2}d) + j \left(\left(\frac{k_{z2}}{k_z} \right)^2 + 1 \right) \sin(k_{z2}d)} \quad (\text{II.40})$$

Si $k_{z2}d$ est petit, Chung a utilisé les mêmes approximations du second ordre (II.33) et (II.34) que Sarabandi. L'expression (II.40) est alors simplifiée :

$$T \approx T_{(2)} = \left[\left(1 + \frac{(kd)^2}{8} \left(\frac{\lambda_0}{a} \right)^2 + j \frac{(kd)^2}{2k_z d} \left(1 - \frac{1}{2} \left(\frac{\lambda_0}{a} \right)^2 \right) \right) - \varepsilon_r^* \left(\frac{(kd)^2}{2} - j \frac{(kd)^2}{2k_z d} \right) \right]^{-1} \quad (\text{II.41})$$

A partir de (II.41), la permittivité relative complexe est explicitée par :

$$\varepsilon_r^* = \frac{\left[1 + \frac{(kd)^2}{8} \left(\frac{\lambda_0}{a} \right)^2 + j \frac{(kd)^2}{2k_z d} \left(1 - \frac{1}{2} \left(\frac{\lambda_0}{a} \right)^2 \right) \right] - \frac{1}{T}}{\frac{(kd)^2}{2} - j \frac{(kd)^2}{2k_z d}} \quad (\text{II.42})$$

c. Technique de caractérisation en court-circuit [112]

En cas d'échantillons à FEp, γd de (II.29) devient petit et les termes des tangentes hyperboliques peuvent être approximés par leur développement en série de Taylor :

$$\tanh(\gamma d) \approx \gamma d - \frac{1}{3}(\gamma d)^3 + \frac{2}{15}(\gamma d)^5 - \frac{17}{315}(\gamma d)^7 \quad (\text{II.43})$$

Notons par (II.29appr) l'équation approximative de l'expression exacte (II.29) où on a remplacé les termes $\tanh(\gamma d)$ par leurs développements du 3^{ème}, 5^{ème} ou 7^{ème} ordre d'approximation (O.A.). (II.29appr) est une équation non-linéaire et multiple solutions γ_i existent. Des résultats plus précis vont être obtenus en augmentant l'ordre des approximations. En utilisant la fonction de résolution des équations non-linéaires « solve » de MATLAB, on peut calculer les valeurs complexes des solutions γ_i de (II.29appr). Un seul ε_r^* est choisi à partir de la constante de propagation $\gamma = \alpha - j\beta$, solution de (II.29appr), qui représente le mode le plus propageant, c'est-à-dire γ qui correspond à la plus faible valeur des α avec β positif.

II.3.3. Sensibilité à l'épaisseur

Dans cette section, l'objectif est focalisé sur la précision de l'équation (II.29appr) qui dépend étroitement de l'amplitude du terme γd . Afin d'analyser la sensibilité de (II.29appr) à l'épaisseur de l'échantillon pour différents O.A., nous calculons la valeur exacte du coefficient de réflexion S_{11} par (II.29). S_{11} est ensuite appliqué dans (II.29appr) pour retrouver la valeur approximative de ε_r^* . Les solutions de (II.29appr) qui correspondent au 3^{ème}, 5^{ème} et au 7^{ème} O.A. sont comparées avec les résultats des techniques de Sarabandi et de Chung pour le cas des échantillons à faible et à forte pertes diélectriques.

Nous choisissons les paramètres suivants : $f=10 \text{ GHz}$ et un guide d'onde rectangulaire WR90 de fréquence de coupure $f_c=6.555 \text{ GHz}$. Sur les figures II.15 et II.16, on présente la dépendance de ε_r^* à l'épaisseur de l'échantillon en cas de faibles pertes ($\varepsilon=2-j0.05$) et de fortes pertes ($\varepsilon=20-j10$), respectivement.

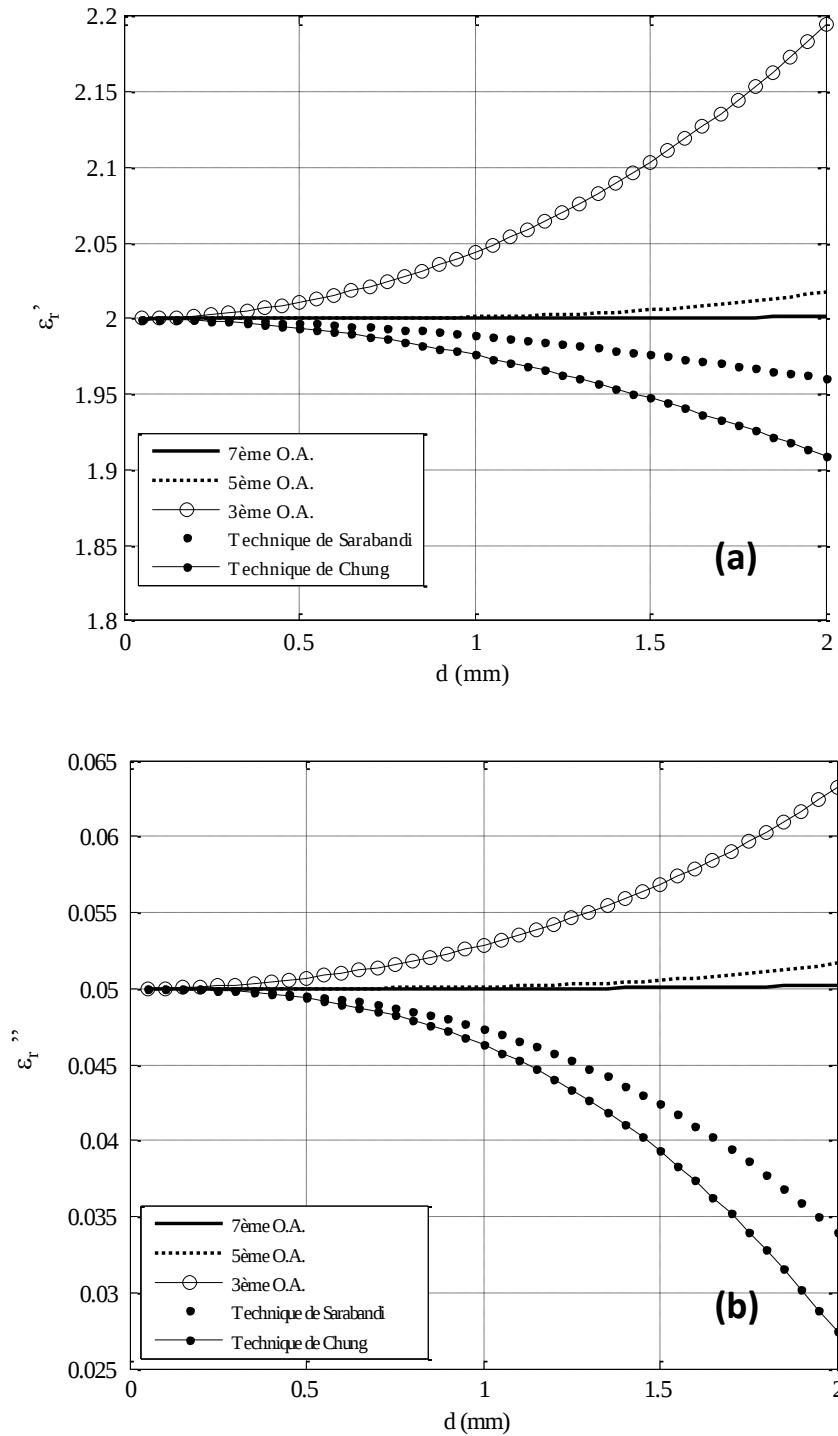


Figure II. 15. Evolution de la permittivité relative complexe estimée en fonction de l'épaisseur de l'échantillon diélectrique à faibles pertes. La permittivité exacte est $\epsilon = 2 - j0.05$

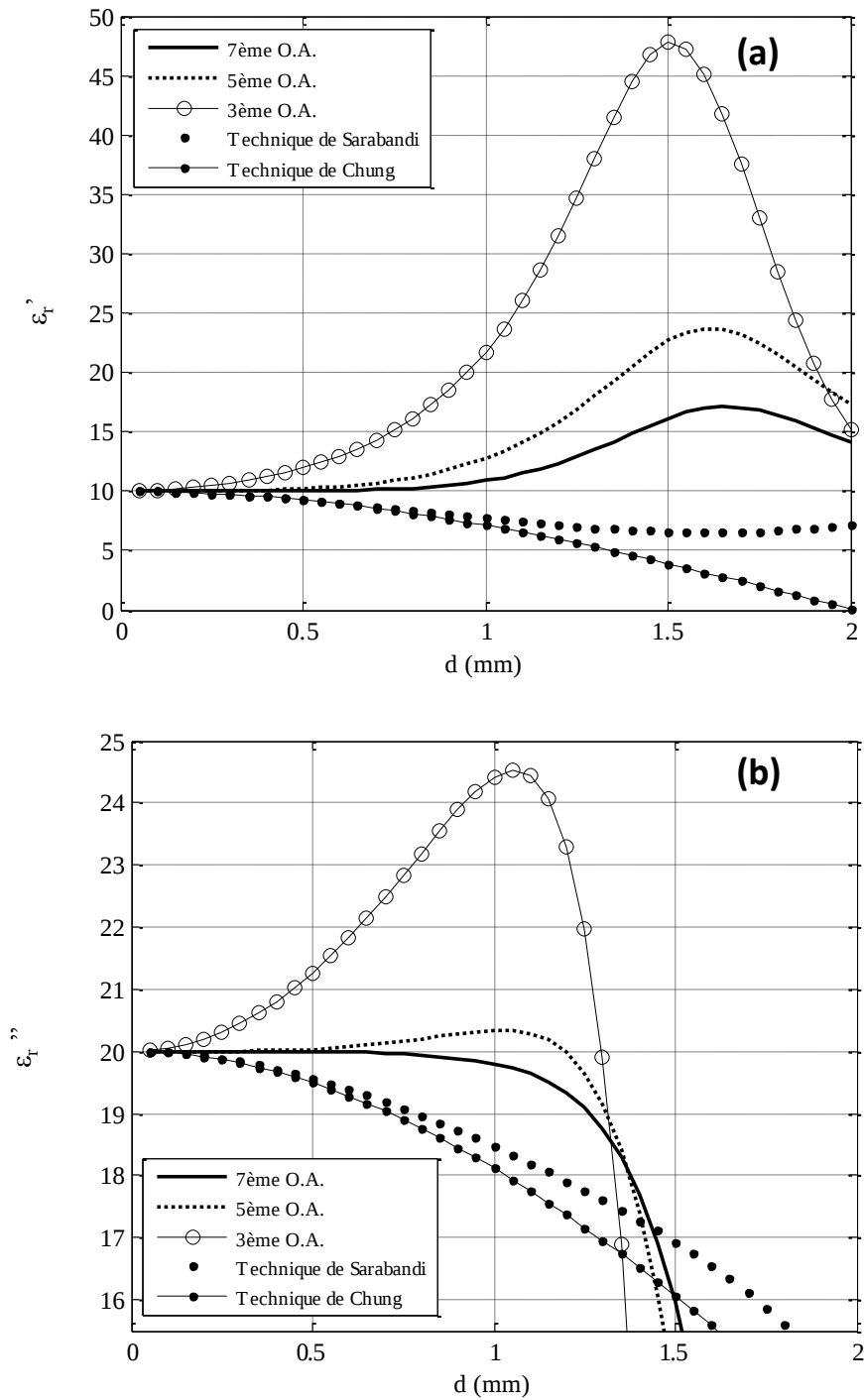


Figure II. 16. Evolution de la permittivité relative complexe estimée en fonction de l'épaisseur de l'échantillon diélectrique à fortes pertes. La permittivité exacte est $\epsilon = 20 - j10$

Sur la figure II.15, on observe que le 5^{ème} O.A. mène à des valeurs d'erreurs relatives inférieures à 0.07% et 0.2% pour ϵ_r' et ϵ_r'' respectivement pour $d \leq 1 \text{ mm}$. Les erreurs relatives sont calculées par rapport à la valeur exacte de la permittivité ϵ . Le 7^{ème} O.A. mène des valeurs de ϵ_r^* plus précises que les deux autres O.A. même jusqu'à $d = 2 \text{ mm}$. A $d = 2 \text{ mm}$, les techniques de Sarabandi et Chung sont moins précises. En cas de matériaux à fortes pertes (figure II.16), seul le 7^{ème} O.A. permet d'obtenir des valeurs d'erreurs relatives inférieures à 1% et 1.6% pour ϵ_r' et ϵ_r'' respectivement pour $d \leq 1 \text{ mm}$. Le 3^{ème} et le 5^{ème} O.A. ainsi que les techniques de Sarabandi et Chung sont imprécises à estimer ϵ_r^* d'un échantillon d'épaisseur supérieure à 0.25 mm . D'un point de vue général, notre méthode proposée permet d'estimer avec plus de précision la permittivité relative complexe des matériaux diélectriques à faible épaisseur en guide d'onde court-circuité.

Sur le tableau II.3, sont présentées les valeurs des erreurs relatives maximales sur les parties réelles et imaginaires de ϵ_r^* en 5^{ème} et en 7^{ème} O.A. par rapport à la valeur exacte ϵ et pour des échantillons d'épaisseurs égales à 5%, 10% et 20% de $\lambda_0 / \sqrt{|\epsilon|}$. Toutes les valeurs calculées sont obtenues pour des matériaux diélectriques virtuels de permittivités ϵ égales à $5-j5$, $5-j0.5$ et $5-j0.05$ à $f = 10 \text{ GHz}$. Jusqu'à d est égal à 10% de $\lambda_0 / \sqrt{|\epsilon|}$, le 5^{ème} et le 7^{ème} O.A. permettent d'avoir des erreurs relatives acceptables (2% sur la partie réelle et 5% sur la partie imaginaire au maximum). En diminuant la fréquence de fonctionnement, le 7^{ème} O.A. permet d'estimer ϵ_r^* avec précision pour des échantillons à épaisseur modérée et à faibles pertes. Par exemple, sur la figure II.17, à $f = 8.2 \text{ GHz}$, la permittivité du Téflon est très bien estimée jusqu'à une épaisseur $d \approx 5 \text{ mm}$. Ceci peut être utile si on ne connaît pas la valeur initiale (proche de la valeur exacte) pour amorcer le processus itératif de résolution en cas de caractérisation des matériaux à faibles pertes. Les solutions des approximations du 7^{ème} ordre sont calculées pour trois fréquences : 8.2 GHz , 10 GHz et 12.4 GHz .

Erreurs relatives maximales en %	$d\sqrt{ \epsilon }/\lambda_0 = 0.05$			$d\sqrt{ \epsilon }/\lambda_0 = 0.1$			$d\sqrt{ \epsilon }/\lambda_0 = 0.2$		
	ϵ''/ϵ'			ϵ''/ϵ'			ϵ''/ϵ'		
	0.01	0.1	1	0.01	0.1	1	0.01	0.1	1
$\epsilon_{5\text{ème O.A.}}'$	0.12	0.16	0.146	1.56	1.51	1.98	32.87	30.52	32.71
$\epsilon_{5\text{ème O.A.}}''$	0.40	0.38	0.116	5.00	5.02	1.7	132.00	128.68	17.62
$\epsilon_{7\text{ème O.A.}}'$	0.00	0.004	0.008	0.21	0.196	0.38	13.45	12.25	18.47
$\epsilon_{7\text{ème O.A.}}''$	0.00	0.02	0.002	0.80	0.88	0.026	60.00	60.04	0.80

Tableau II. 3. Erreurs relatives maximales de ϵ_r^* par rapport à la valeur exacte ϵ en cas du 5^{ème} et du 7^{ème} ordre d'approximation

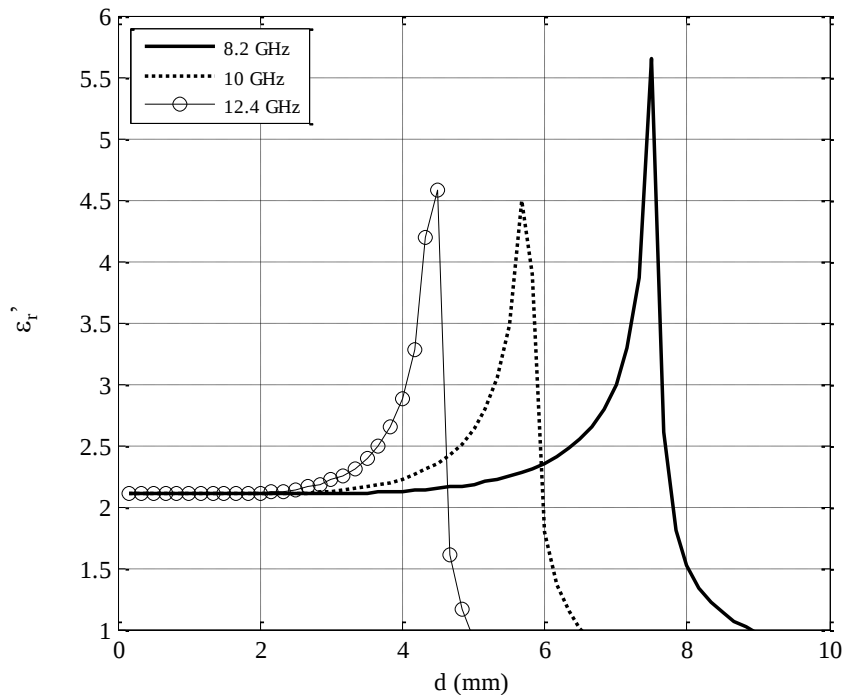


Figure II. 17. Evolution de la partie réelle de la permittivité relative du Téflon ($\epsilon=2.1-j0.0016$) en fonction de l'épaisseur d de l'échantillon

II.3.4. Simulation HFSS

Le logiciel HFSS est un simulateur électromagnétique 3D à hautes performances. HFSS est utilisé pour calculer les paramètres de répartition, les champs électromagnétiques et les fréquences de résonance. Il est encore utilisé en industrie pour la recherche, la conception et le développement. HFSS est un outil numérique basé sur la résolution locale des équations de Maxwell par la méthode des éléments finis. La structure 3D de la figure II.14 est implémentée dans le logiciel et des propriétés sont assignées à chaque objet :

- La source micro-onde est assignée au plan de référence.
- Les plans métalliques parfaitement conducteurs sont assignés à toutes les surfaces externes à l'exception de la source.
- L'air est assigné au volume de la région I.
- Les propriétés électromagnétiques en fonction de la fréquence du MST sont assignées au volume de la région II.

Les simulations HFSS sont effectuées en bande X [8.2-12.4] *GHz* en 40 points. Le fichier contenant les valeurs du coefficient de réflexion S_{11} est exporté vers le programme MATLAB, qui, redétermine la permittivité du MST via la méthode proposée.

II.3.5. Organigramme de calcul

Le programme MATLAB mis au point permet de retrouver la permittivité relative saisie dans les propriétés électromagnétiques du MST, et ce, à partir des valeurs de S_{11} issues de la simulation HFSS. L'organigramme de la figure II.18 schématise les étapes de calcul du programme.

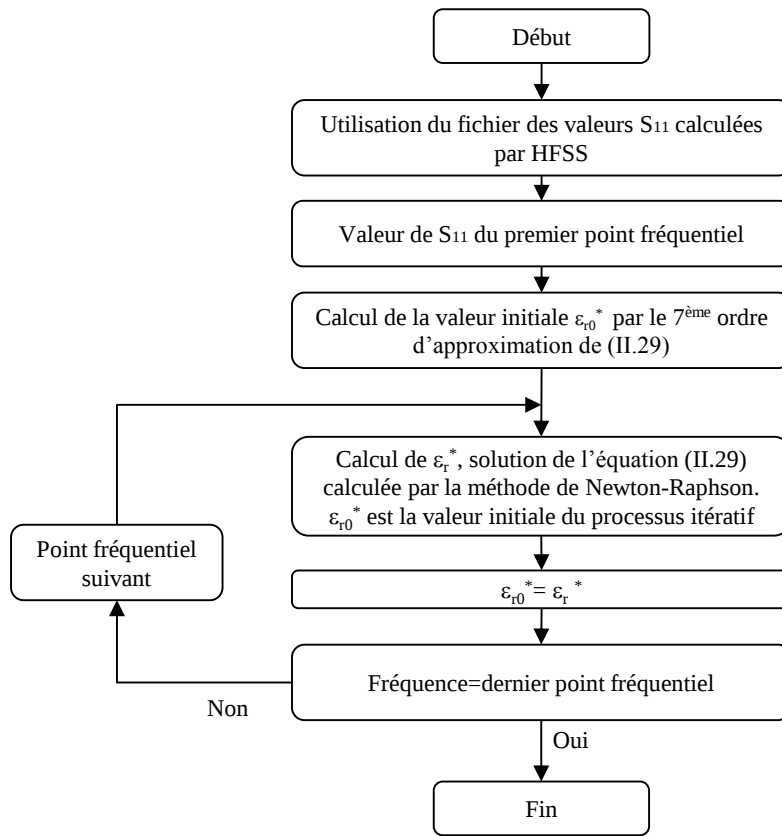


Figure II. 18. Organigramme de calcul de la permittivité relative complexe

Le processus itératif de résolution de l'équation (II.29) est amorcé par une valeur initiale ϵ_{r0}^* , solution de (II.29appr) en 7^{ème} O.A.. ϵ_{r0}^* est calculé pour la première valeur de S_{11} qui correspond à la fréquence minimale. Ce choix est basé sur les résultats de la figure II.17 afin d'estimer la permittivité relative d'un matériau diélectrique le plus épais possible. ϵ_{r0}^* est la valeur initiale de la première itération. ϵ_{r0}^* de l'itération suivante est la solution ϵ_r^* de l'itération précédente.

II.3.6. Résultats de simulation

Nous validons numériquement la méthode proposée pour le Téflon, le bois naturel et l'eau distillée. Les propriétés électromagnétiques en fonction de la fréquence sont incorporées dans le logiciel HFSS. Rappelons que notre contribution améliore la technique en court-circuit de J. Baker [109] en surmontant le problème de la nécessité d'une valeur initiale, en étendant la technique pour des matériaux à FEp, en utilisant qu'un seul échantillon à caractériser et aucun déplacement de l'échantillon dans le guide n'est nécessaire. Le matériau est en contact direct avec le plan du court-circuit. Les techniques en court-circuit sont déjà, littéralement, validées expérimentalement et notre étude est numérique.

On choisit les paramètres de simulation suivants :

- Guide d'onde rectangulaire WR90 (22.86x10.16) mm^2 .
- Distance entre le plan de référence et l'interface air/MST est $l=70\text{ mm}$.
- Intervalle de simulation [8.2-12.4] GHz (bande X).
- Epaisseurs des échantillons : $d=5\text{ mm}$ pour le Téflon, $d=2\text{ mm}$ pour le bois naturel et $d=1\text{ mm}$ pour l'eau distillée.

Les résultats numériques de la permittivité relative complexe du Téflon, du bois naturel et de l'eau distillée sont présentés sur les figures II.19, II.20 et II.21, respectivement. L'évolution de la permittivité du bois est comparée avec les mesures expérimentales d'un échantillon de $d=10\text{ mm}$ obtenues par la technique en T/R publiées dans [100]. L'évolution de la permittivité de l'eau distillée est comparée avec les valeurs obtenues via le modèle de Debye [108]. Le modèle de Debye de l'eau distillée et les valeurs expérimentales de la permittivité du bois naturel sont incorporées dans le logiciel HFSS comme propriétés intrinsèques de ces matériaux. La technique permet de redéterminer la permittivité relative à partir de S_{11} simulé. Les résultats numériques sont en bon accord avec la permittivité de référence du Téflon, les mesures expérimentales du bois et le modèle de Debye. Comme il est indiqué dans l'organigramme de calcul, la valeur initiale ϵ_{r0}^* est obtenue via le 7^{ème} O.A. de l'équation (II.29) et la nécessité d'avoir une information préalable sur la permittivité du matériau est surmontée.

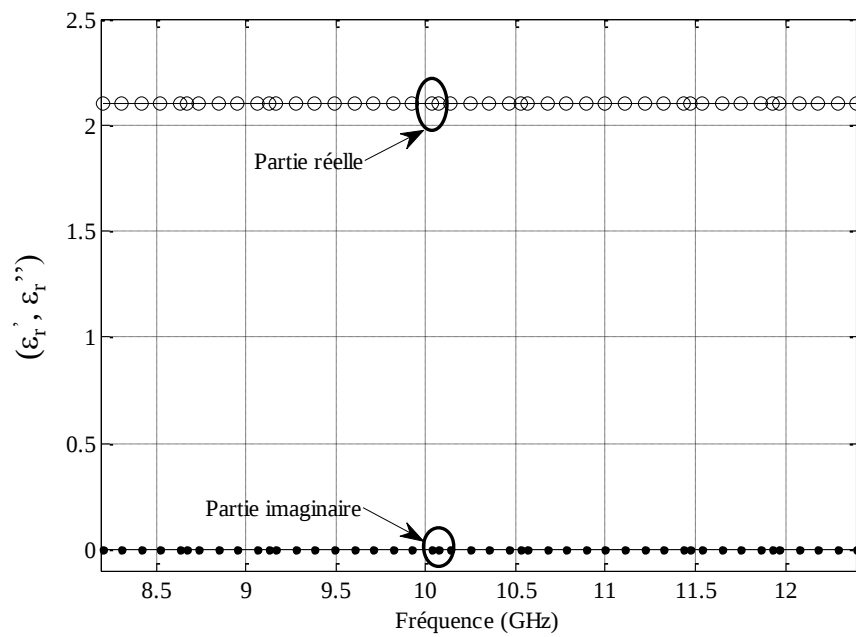


Figure II. 19. Permittivité relative complexe du Téflon calculée par la méthode proposée.
L'épaisseur de l'échantillon est 5 mm

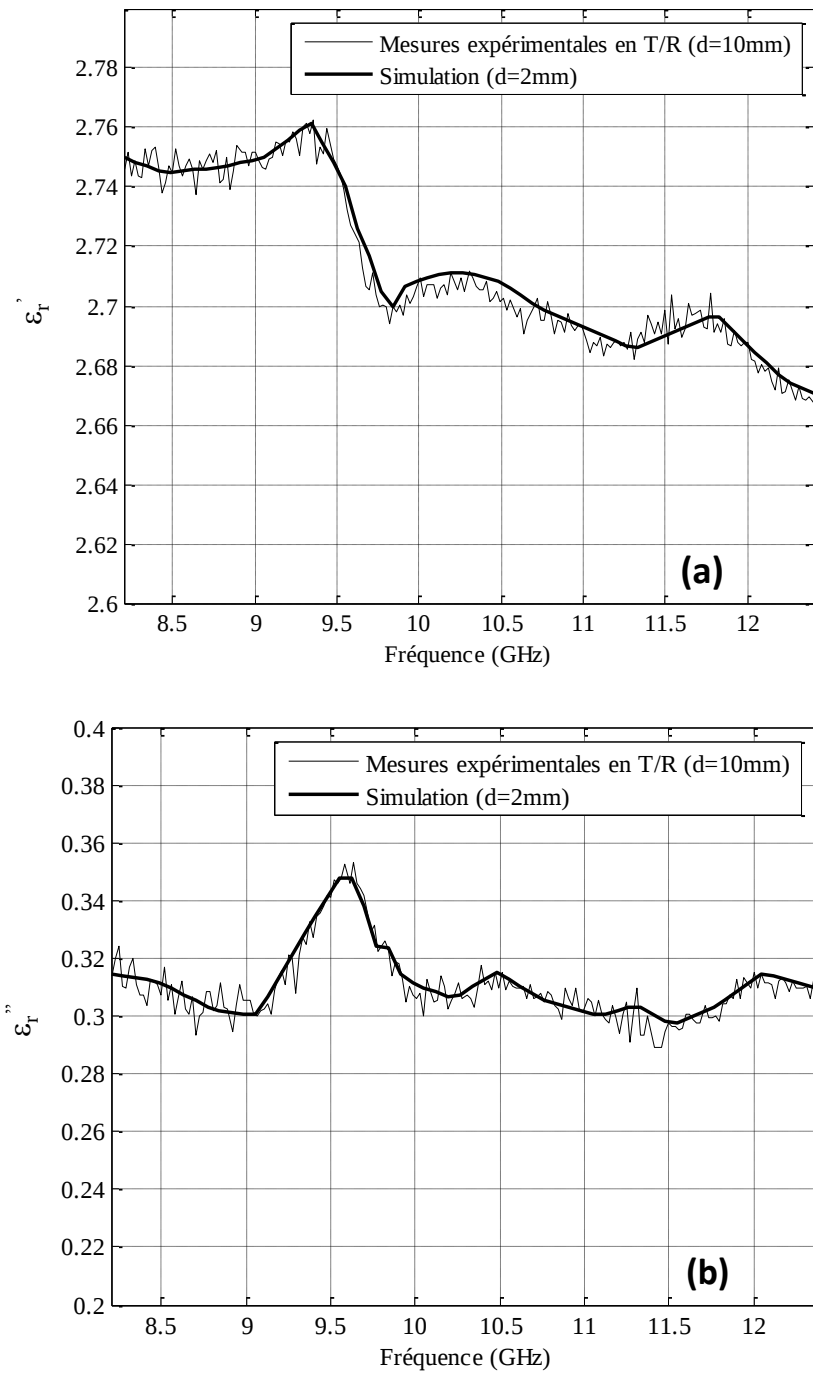


Figure II. 20. Permittivité relative complexe du bois naturel calculée par la méthode proposée

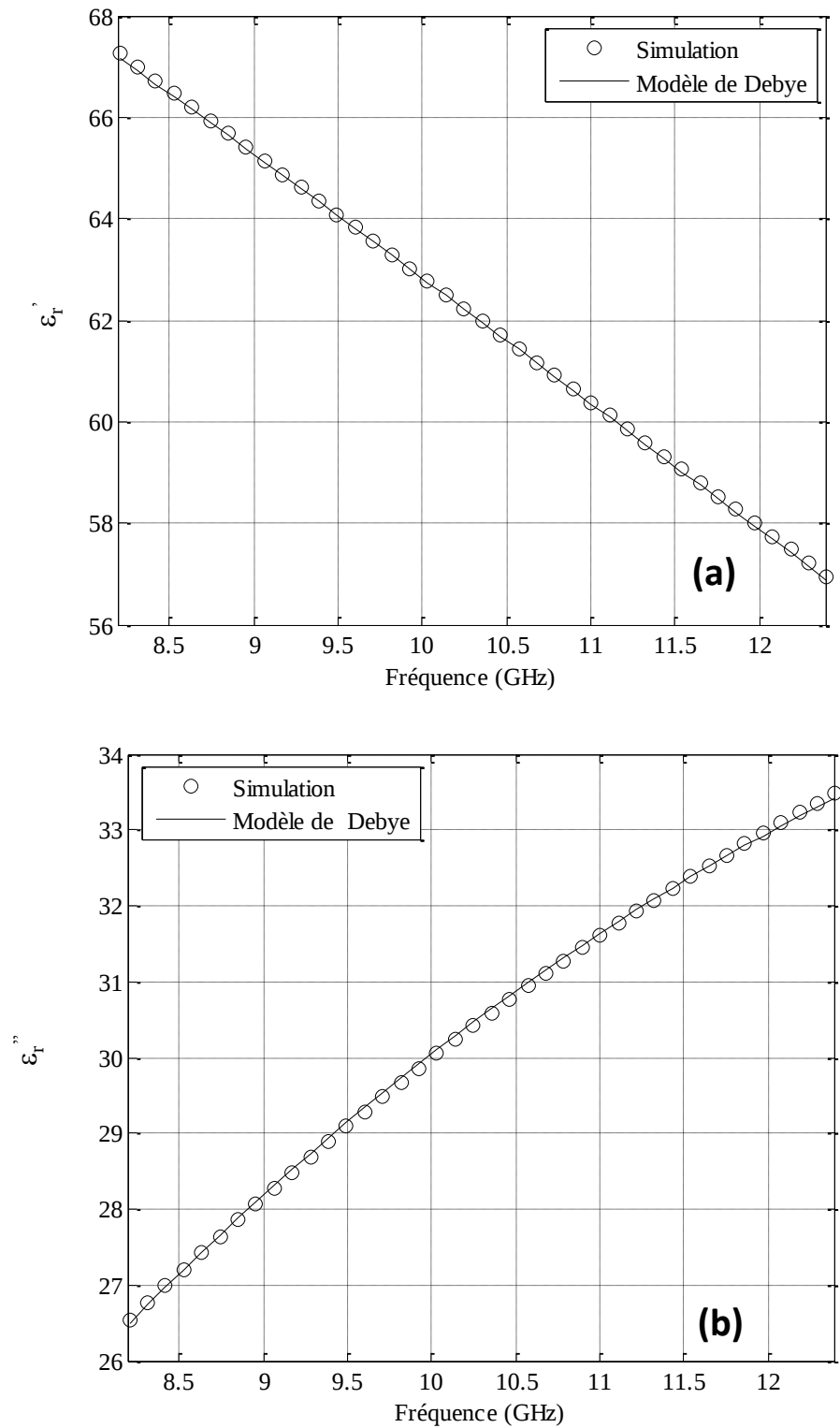


Figure II. 21. *Permittivité relative complexe de l'eau distillée calculée par la méthode proposée. L'épaisseur de l'échantillon est 1mm*

II.3.7. Conclusion

Nous avons développé une technique de la caractérisation micro-onde des matériaux diélectriques en guide d'onde rectangulaire court-circuité. La méthode permet de déterminer la permittivité relative complexe des échantillons diélectriques à faible épaisseur. Le matériau est en contact direct avec le plan du court-circuit et la permittivité est déterminée à partir du coefficient de réflexion S_{11} au niveau du plan de référence du guide. Les erreurs dues à l'incertitude sur la position de l'échantillon rencontrées dans les autres techniques sont ainsi éliminées. Cette technique se base essentiellement sur l'approximation en 7^{ème} ordre des termes des tangentes hyperboliques de l'expression exacte de S_{11} . L'unique solution ε_r^* choisie correspond au mode le plus propageant : solution de l'expression approximée du coefficient de réflexion. ε_r^* peut être considéré comme une valeur initiale du processus itératif de résolution de l'expression exacte de S_{11} . Cependant, la permittivité relative est ainsi déterminée avec plus de précision. La méthode est validée numériquement pour le Téflon, le bois naturel et l'eau distillée. La technique redétermine, avec des erreurs minimales, les valeurs des permittivités incorporées dans le logiciel de simulation.

II.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons développé deux méthodes originales de caractérisation micro-onde des matériaux diélectriques non-magnétiques en bandes X et Ku.

La première méthode est en transmission / réflexion. C'est une technique de caractérisation large bande à caractère itératif. Elle est bien adaptée aux mesures des paramètres de répartition avec ou sans calibrage de l'analyseur de réseau vectoriel. La méthode est validée numériquement et expérimentalement en bandes X et Ku.

La deuxième méthode, validée numériquement, permet de déterminer la permittivité relative complexe des matériaux diélectriques à faible épaisseur ou à épaisseur modérée en guide d'onde rectangulaire court-circuité. La technique, basée sur des approximations d'ordres supérieurs, détermine avec une meilleure estimation que les techniques existantes la permittivité relative des échantillons diélectriques.

Vu qu'on a caractérisé le bois (matériau composite naturel à base d'une matrice en lignine et des renforts en fibres de cellulose), ces méthodes micro-ondes peuvent être utilisées non seulement pour des matériaux homogènes mais aussi pour des matériaux composites. A condition que la dimension moyenne des inclusions soit très inférieure devant la longueur d'onde guidée.

Chapitre III

Simulation 2D de matériaux composites granulaires par la méthode FDTD-2D

III.1. Introduction

L'étude des matériaux composites a commencé plus d'un siècle et les efforts de concevoir de nouveaux produits ne cessent d'être soutenus. L'étude des propriétés diélectriques est fondamentale pour plusieurs applications dans des domaines aussi variés que l'ingénierie des matériaux pour l'électronique, la compatibilité électromagnétique ou encore les applications biomédicales et géophysiques. Le succès des matériaux composites dérive de la possibilité d'obtenir des propriétés très diverses en fonction des caractéristiques des phases constituantes. La permittivité effective d'un matériau composite ne dépend pas seulement des propriétés physiques de ses constituants, mais elle est également déterminée par la micro-structure d'un tel système hétérogène. Il s'agit principalement des formes d'inclusions, de leur répartition dans la matrice, de leur orientation vis-à-vis du champ électrique externe et de leur fraction volumique. Par la suite, la permittivité effective est une fonction complexe dépendante de tous ces facteurs. Malgré la richesse de la littérature par les travaux qui abordent le cas des composites à inclusions de formes géométriques connues, peu d'intérêt est consacré à la modélisation des composites granulaires à structures très fines dont les inclusions sont dispersées aléatoirement dans la matrice avec une certaine fraction volumique ou surfacique. Le premier objectif de ce chapitre est de valider le modèle de simulation FDTD en deux dimensions (FDTD-2D) par des échantillons diélectriques homogènes dont la redétermination de la permittivité sera calculée via le coefficient de réflexion. Le deuxième objectif est de modéliser des composites granulaires par la FDTD-2D. Les résultats obtenus sont comparés avec les lois de mélange du Bruggeman, Looyenga, Böttcher et les mesures expérimentales du composite Dioxyde de Titane TiO_2 /Epoxyde de la famille céramique/polymère publiés dans l'article [113]. Le troisième objectif est la détermination de la permittivité effective de composites granulaires réels par imagerie numérique en quasi-statique et en bande fréquentielle [4-12] GHz via les simulations FDTD-2D. Cependant, les images réelles des composites subissent un prétraitement numérique avant de les rendre compatibles avec le

maillage FDTD-2D. La permittivité effective est ainsi déduite du coefficient de réflexion de l'onde électromagnétique sur la section du matériau composite.

III.2. Principe de la méthode des différences finies dans le domaine temporel (FDTD)

III.2.1. Les équations de Maxwell

La méthode FDTD se fonde sur la résolution directe des équations de Maxwell dans le domaine de calcul. Pour un milieu isotrope, non dispersif, sans charges, caractérisé par une permittivité ε et une perméabilité μ réelles, les équations de Maxwell sont définies dans le domaine temporel par :

$$\vec{\text{rot}} \vec{H} = \varepsilon \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \quad (\text{III.1})$$

$$\vec{\text{rot}} \vec{E} = -\mu \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad (\text{III.2})$$

Où : $\vec{E}$ et $\vec{H}$ désignent les champs électriques et magnétiques, respectivement. En projetant les équations de Maxwell (III.1) et (III.2) sur un repère cartésien (O, x, y, z) , on obtient :

$$\frac{\partial H_x}{\partial t} = \frac{1}{\mu} \left(\frac{\partial E_y}{\partial z} - \frac{\partial E_z}{\partial y} \right) \quad (\text{III.3})$$

$$\frac{\partial H_y}{\partial t} = \frac{1}{\mu} \left(\frac{\partial E_z}{\partial x} - \frac{\partial E_x}{\partial z} \right) \quad (\text{III.4})$$

$$\frac{\partial H_z}{\partial t} = \frac{1}{\mu} \left(\frac{\partial E_x}{\partial y} - \frac{\partial E_y}{\partial x} \right) \quad (\text{III.5})$$

$$\frac{\partial E_x}{\partial t} = \frac{1}{\varepsilon} \left(\frac{\partial H_z}{\partial y} - \frac{\partial H_y}{\partial z} \right) \quad (\text{III.6})$$

$$\frac{\partial E_y}{\partial t} = \frac{1}{\varepsilon} \left(\frac{\partial H_x}{\partial z} - \frac{\partial H_z}{\partial x} \right) \quad (\text{III.7})$$

$$\frac{\partial E_z}{\partial t} = \frac{1}{\varepsilon} \left(\frac{\partial H_y}{\partial x} - \frac{\partial H_x}{\partial y} \right) \quad (\text{III.8})$$

Pour évaluer numériquement les dérivées spatiales et temporelles, on applique la méthode des différences finies aux six composantes des champs. On peut découpler tout le système d'équations en deux sous-systèmes indépendants par son réduction dans le plan (O, x, y) . Le premier sous-système fait intervenir les composantes du champ électrique (E_x, E_y) et la composante normale du plan H_z : mode TE (Transverse Electrique). Le deuxième sous-système fait intervenir les composantes du champ magnétique (H_x, H_y) et la composante normale au plan E_z : mode TM (Transverse Magnétique). Nous utilisons dans la suite de ce travail le mode TE. Les équations se limitent donc aux (III.5), (III.6) et (III.7).

III.2.2. Discrétisation par la méthode des différences finies

D'un point de vue numérique, l'évaluation des expressions analytiques des dérivées spatiales et temporelles ne peut être effectuée que par la méthode des différences finies. En différences finies, tout domaine continu est transformé en domaine discret appelé maillage. Tout point spatio-temporel (x, y, z, t) est désigné par (i, j, k, n) , et toute fonction $F(x, y, z, t)$ de l'espace et du temps sera remplacée par $F^n(i, j, k)$, où i, j , et k étant des entiers relatifs appelés indices de discrétisation d'espace suivant les trois directions respectives x, y et z . Leurs valeurs permettent de positionner les points du maillage. Le paramètre n est un entier représentant l'indice de discrétisation temporelle.

Soit une fonction continue représentant une composante spatio-temporelle du champ électrique ou magnétique et dérivable en un point x_0 de l'espace comme le montre la figure III.1.

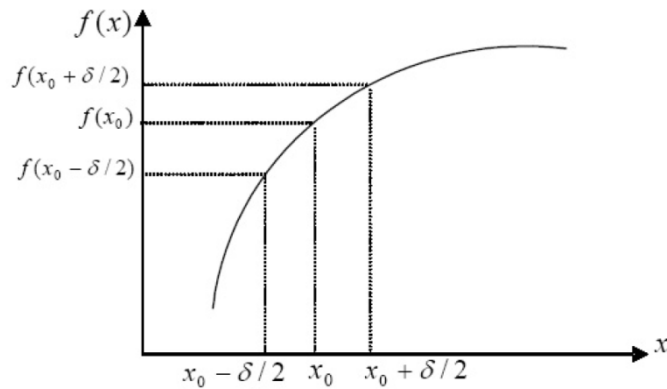


Figure III. 1. Principe de calcul de la dérivée première de $f(x)$ au point x_0

On applique le développement limité en série de Taylor à gauche et à droite de x_0 avec un décalage $\pm\delta/2$:

$$F\left(x_0 + \frac{\delta}{2}\right) = F(x_0) + \frac{\delta}{2} F'(x_0) + O(\delta^2) \quad (\text{III.9})$$

$$F\left(x_0 - \frac{\delta}{2}\right) = F(x_0) - \frac{\delta}{2} F'(x_0) + O(\delta^2) \quad (\text{III.10})$$

En différenciant les équations (III.9) et (III.10) limitées à l'ordre 2, on obtient la dérivée première de F au point x_0 qui peut être évaluée de manière centrée comme suit :

$$\left. \frac{\partial F}{\partial x} \right|_{x=x_0} = \frac{F\left(x_0 + \frac{\delta}{2}\right) - F\left(x_0 - \frac{\delta}{2}\right)}{\delta} + O(\delta^2) \quad (\text{III.11})$$

III.2.3. Cellule de Yee

En pratique, la discrétisation spatiale et temporelle des milieux continus par la méthode des différences finies est appliquée aux équations couplées de Maxwell suivant un maillage par cellules élémentaires appelées cellules de Yee [87].

Pour chaque cellule de Yee, on associe la composante parallèle à l'arête au champ électrique régnant au milieu de l'arête. A chaque face de la cellule, on associe la composante normale au champ magnétique régnant au centre de la face comme le montre la figure III.2. On constate que selon cet arrangement dans l'espace, chaque composante du champ électrique $\vec{E}$ est entourée par quatre composantes du champ magnétique $\vec{H}$, et chaque composante de $\vec{H}$ est entourée par quatre composantes de $\vec{E}$. Cependant, les discrétisations spatiales des composantes des champs électriques et magnétiques sont décalées d'un demi pas spatial $\Delta/2$, avec $\Delta = \Delta x = \Delta y = \Delta z$. De même, les discrétisations temporelles des composantes $\vec{E}$ et $\vec{H}$ seront décalées d'un demi pas temporel $\Delta t/2$. Le champ électrique sera évalué aux instants $n\Delta t$ et le champ magnétique sera évalué aux instants $(n+1/2)\Delta t$ suivant le schéma itératif de la figure III.3.

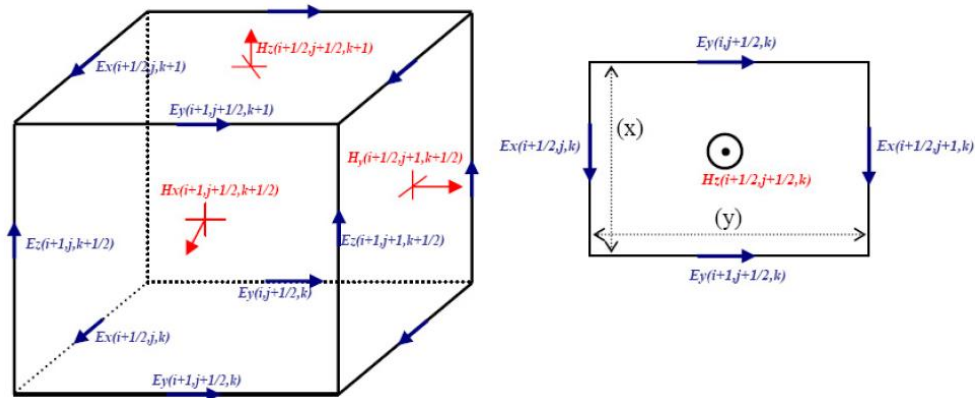


Figure III. 2. Cellule de Yee (Discretisation spatiale) et emplacement des composantes du champ électromagnétique en 3D et 2D [53]

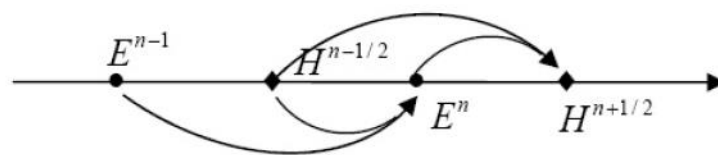


Figure III. 3. Schéma itératif de calcul de E et H. Le champ électrique est évalué aux instants $n\Delta t$ et le champ magnétique aux instants $(n+1/2)\Delta t$

Pour chaque cellule de l'espace de calcul et pour chaque pas temporel, les six composantes des champs sont évaluées en fonction des composantes voisines et antécédentes. Les solutions se construisent de manière itérative dans le domaine temporel (figure III.3). En appliquant l'algorithme de Yee, la discrétisation des équations (III.3-8) suivant la méthode des différences finies (FDTD) peuvent s'écrire sous les formes programmables suivantes :

$$\begin{aligned}
 H_x^{n+1/2}(i, j, k) &= H_x^{n-1/2}(i, j, k) + \frac{\Delta t}{\mu_r \mu_0 \Delta z} (E_y^n(i, j, k+1) - E_y^n(i, j, k)) \\
 &- \frac{\Delta t}{\mu_r \mu_0 \Delta y} (E_z^n(i, j+1, k) - E_z^n(i, j, k))
 \end{aligned} \tag{III.12}$$

$$\begin{aligned}
 H_y^{n+1/2}(i, j, k) &= H_y^{n-1/2}(i, j, k) + \frac{\Delta t}{\mu_r \mu_0 \Delta x} (E_z^n(i+1, j, k) - E_z^n(i, j, k)) \\
 &- \frac{\Delta t}{\mu_r \mu_0 \Delta z} (E_x^n(i, j, k+1) - E_x^n(i, j, k))
 \end{aligned} \tag{III.13}$$

$$\begin{aligned}
 H_z^{n+1/2}(i, j, k) &= H_z^{n-1/2}(i, j, k) + \frac{\Delta t}{\mu_r \mu_0 \Delta y} (E_x^n(i, j+1, k) - E_x^n(i, j, k)) \\
 &- \frac{\Delta t}{\mu_r \mu_0 \Delta x} (E_y^n(i+1, j, k) - E_y^n(i, j, k))
 \end{aligned} \tag{III.14}$$

$$\begin{aligned}
 E_x^{n+1}(i, j, k) &= E_x^n(i, j, k) + \frac{\Delta t}{\varepsilon_r \varepsilon_0 \Delta y} (H_z^{n+1/2}(i, j, k) - H_z^{n+1/2}(i, j-1, k)) \\
 &- \frac{\Delta t}{\varepsilon_r \varepsilon_0 \Delta z} (H_y^{n+1/2}(i, j, k) - H_y^{n+1/2}(i, j, k-1))
 \end{aligned} \tag{III.15}$$

$$\begin{aligned}
 E_y^{n+1}(i, j, k) &= E_y^n(i, j, k) + \frac{\Delta t}{\varepsilon_r \varepsilon_0 \Delta z} (H_x^{n+1/2}(i, j, k) - H_x^{n+1/2}(i, j, k-1)) \\
 &- \frac{\Delta t}{\varepsilon_r \varepsilon_0 \Delta x} (H_z^{n+1/2}(i, j, k) - H_z^{n+1/2}(i-1, j, k))
 \end{aligned} \tag{III.16}$$

$$\begin{aligned}
 E_z^{n+1}(i, j, k) &= E_z^n(i, j, k) + \frac{\Delta t}{\varepsilon_r \varepsilon_0 \Delta x} (H_y^{n+1/2}(i, j, k) - H_y^{n+1/2}(i-1, j, k)) \\
 &- \frac{\Delta t}{\varepsilon_r \varepsilon_0 \Delta y} (H_x^{n+1/2}(i, j, k) - H_x^{n+1/2}(i, j-1, k))
 \end{aligned} \tag{III.17}$$

Notons que n , $n+1/2$ et $n-1/2$ correspondants aux pas et demi pas temporels, ils sont implicites au niveau programmation de la méthode (FDTD). Par contre, la position des composantes des champs est explicite. Un choix judicieux des paramètres de discrétisation spatiale Δx , Δy , Δz et temporelle Δt permettent une bonne représentation numérique des phénomènes physiques.

III.2.4. Stabilité numérique

Pour assurer une bonne stabilité numérique, l'algorithme de Yee [87] est soumis à une condition de stabilité fixant le pas temporel à partir des pas spatiaux du domaine de calcul discrétisé. Le critère de stabilité, établi rigoureusement par R. Courant, K. Friedrichs et H. Lewy [88], est donné par l'inégalité (III.18).

$$\Delta t \leq \frac{1}{c \sqrt{\frac{1}{\Delta x^2} + \frac{1}{\Delta y^2} + \frac{1}{\Delta z^2}}} \quad (\text{III.18})$$

Avec $c=3.10^8$ m/s est la célérité.

Ce critère permet de palier la divergence des calculs engendrés par l'approximation des dérivées et d'assurer une vitesse de phase inférieure à la célérité.

Dans le cas d'un maillage uniforme $\Delta x=\Delta y=\Delta z=\Delta$, l'inégalité (III.18) se réduit à :

$$\Delta t \leq \frac{\Delta}{c\sqrt{3}} \quad \text{à 3D} \quad (\text{III.19})$$

$$\Delta t \leq \frac{\Delta}{c\sqrt{2}} \quad \text{à 2D} \quad (\text{III.20})$$

Plus le maillage est fin, plus le nombre d'itérations nécessaires pour décrire un temps de simulation T sera important.

III.2.5. Dispersion numérique

Suite à la numérisation des équations de Maxwell, une déformation des signaux, une perte d'amplitude, un élargissement des impulsions peuvent apparaître. Pour limiter cette dispersion numérique, on applique le critère suivant [89] :

$$\text{Max}(\Delta x, \Delta y, \Delta z) \leq \frac{\lambda_{\min}}{10} \quad (\text{III.21})$$

dont la dimension maximale $\text{Max}(\Delta x, \Delta y, \Delta z)$ caractéristique de la grille de discrétisation spatiale doit être choisit de manière à être suffisamment petite par rapport à la longueur d'onde minimale $\lambda_{\min}$ du champ électromagnétique attendue dans le modèle.

La minimisation de la dispersion numérique, la description de la structure par un maillage assez représentatif et les ressources informatiques disponibles sont les critères à tenir en compte lors du choix des pas spatiaux Δx , Δy et Δz .

III.2.6. Couches absorbantes PML

La simulation de la propagation d'une onde électromagnétique en espace libre et la limitation des ressources informatiques (espace mémoire et temps de calcul) nécessitent la troncation du domaine de calcul par des couches absorbantes. Ces couches minimisent les réflexions parasites perturbant la réponse de l'objet à une excitation donnée. Mur [85] a proposé une condition à imposer à la frontière du domaine de simulation qui exprime le champ sur la frontière en fonction du champ déjà calculé à l'intérieur du domaine. Berenger a proposé lui aussi dans son article [90] des couches absorbantes PML (Perfectly Matched Layer) qui emploient des paires fictives des conductivités électriques et magnétiques pour absorber davantage l'onde électromagnétique sortante et minimiser au maximum les réflexions parasites. L'impédance de ces couches est adaptée à celle de l'espace libre. Notons que les PML de Berenger n'absorbent pas les ondes évanescences et elles ne sont plus adaptées à la simulation des milieux dispersifs. Les réflexions parasites augmentent lorsque la direction de l'onde incidente s'éloigne de la normale. Un autre modèle des conditions aux limites comme celui de type UPML (Unsplit PML) existe [86]. Les couches UPML ont une interprétation physique, développées comme des matériaux anisotropes, capables d'absorber les ondes évanescences et de simuler les milieux dispersifs.

Dans le cadre de notre travail, nous nous sommes contentés des conditions aux limites PML de Berenger pour le développement de notre algorithme. Vu que les PML peuvent offrir un coefficient de réflexion inférieur à -80dB, ces conditions sont avérées très satisfaisantes pour la modélisation des guides d'onde TEM à plans métalliques parallèles. En effet, ces conditions ne sont impliquées que pour les plans transversaux au début et à la fin du guide en structure 2D.

III.2.7. Excitation électromagnétique

Pour toute simulation électromagnétique, l'excitation est un aspect fondamental. Le choix de cette excitation dépend de la forme de la structure étudiée et de la bande fréquentielle ciblée. Une excitation de type Gaussienne (figure III.4a) est généralement utilisée pour balayer

un large spectre de fréquences avec une seule simulation. Un signal Gaussien est défini de la façon suivante :

$$G(n) = \exp\left(-\frac{(n\Delta t - t_0)^2}{T^2}\right) \quad (\text{III.22})$$

Avec :

n est le nombre d'itérations.

Δt est le pas temporel.

T est proportionnel à la mi-hauteur de la Gaussienne $T=1/(2f_{\max})$.

$f_{\max}$ est la fréquence maximale de la bande étudiée.

t_0 désigne le retard par rapport à l'instant $t=0$.

Notons que l'équivalent fréquentiel de la forme temporelle est une demi-Gaussienne (figure III.4b) dont la valeur est maximale à la fréquence nulle.

La source décrite ci-dessus permet une excitation de la structure du continu à une fréquence maximale $f_{\max}$. Mais parfois, on exige à modéliser la structure en bande de fréquences n'incluant pas le continu. Il suffit de multiplier la Gaussienne par une sinusoïde dont la fréquence va correspondre à la centrale de la bande fréquentielle à étudier. En fait, c'est une modulation en amplitude d'une sinusoïde de fréquence f_0 par une Gaussienne.

$$S(n) = \sin(2\pi f_0 n\Delta t) \cdot \exp\left(-\frac{(n\Delta t - t_0)^2}{T^2}\right) \quad (\text{III.23})$$

La forme temporelle de cette sinusoïde modulée et son spectre fréquentiel sont représentés sur les figures III.5a et III.5b, respectivement.

Dans la majorité des cas, on excite la structure via le mode fondamental par imposition de la source sur la composante adéquate du champ électrique pour une zone spatiale donnée. Les autres composantes du champ électromagnétique évoluent librement. Mais, lorsque l'amplitude de la Gaussienne tend vers zéro, la source se comporte comme un court-circuit et réfléchit totalement l'onde qui arrive. Pour remédier à ce problème, soit on remplace la source par des conditions aux limites absorbantes après la durée nécessaire à l'excitation si la source est implémentée sur la frontière du domaine de calcul, soit on rend libre la composante sur laquelle on a imposé la source, et ce, après un certain nombre d'itérations nécessaires au passage de l'impulsion et avant l'arrivée de toute onde réfléchie par la structure. Ceci est possible si on place l'excitation un peu éloignée des objets de la structure.

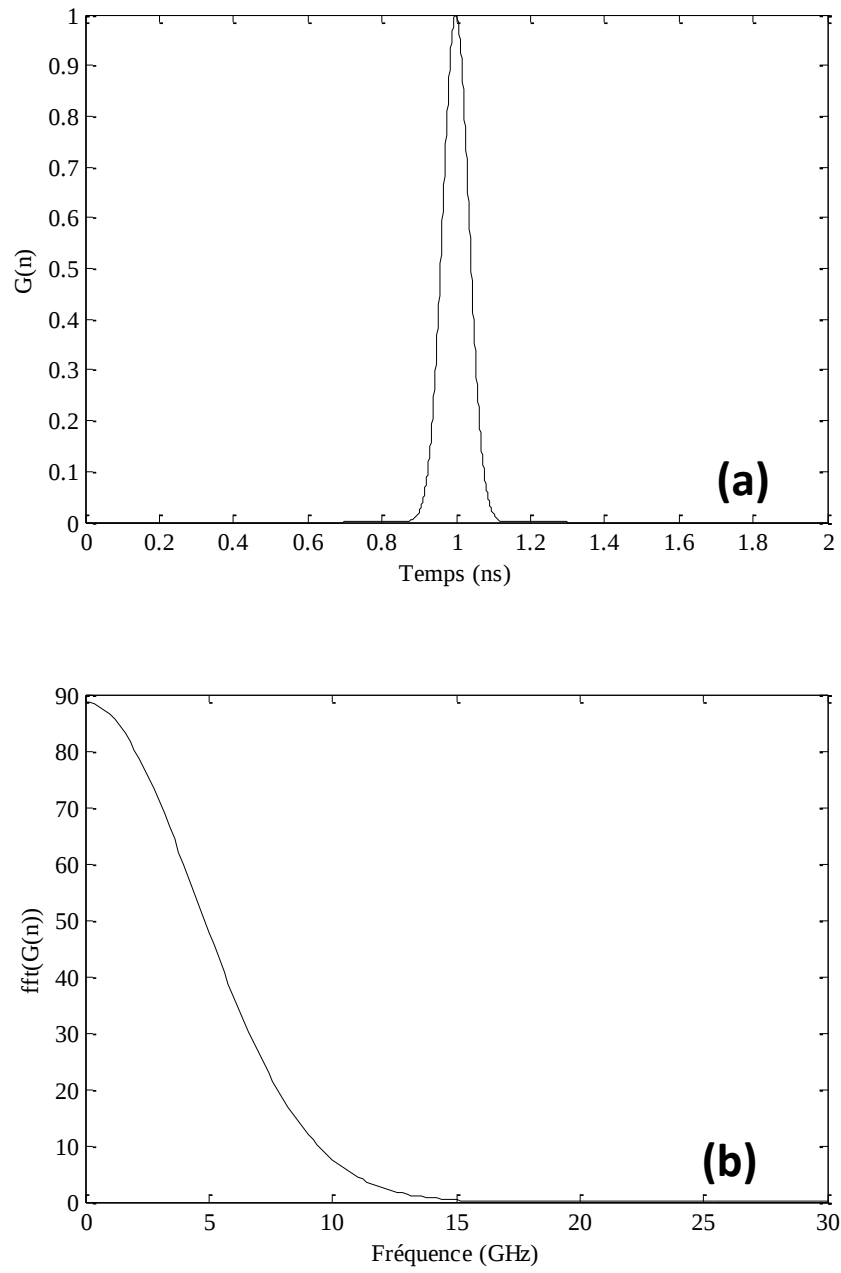


Figure III. 4. (a) Forme temporelle d'une source Gaussienne. (b) Spectre fréquentiel

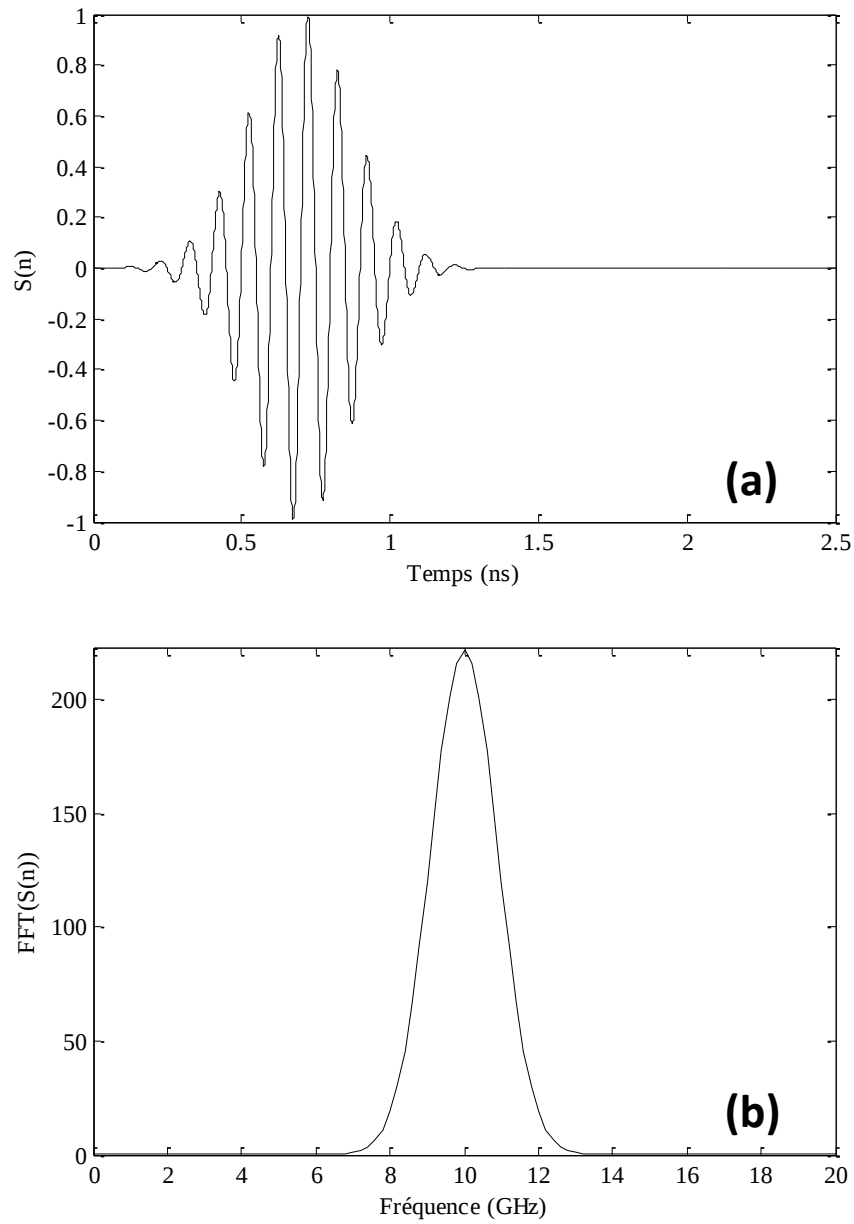


Figure III. 5. (a) *Forme temporelle d'une excitation sinusoïdale modulée par une Gaussienne.*
(b) *Spectre fréquentiel*

III.2.8. Validation du programme FDTD en 2D

Le code numérique de la FDTD a été mis au point en langage C utilisant les conditions aux limites absorbantes PML. Le programme a été validé sur un domaine bidimensionnel en mode TE. Initialement toutes les composantes du champ électromagnétique sont nulles, sauf H_z qui modélise une source ponctuelle à un point décalé du centre du domaine de calcul (figure III.6). Cette source entraîne une variation du champ électrique et l'onde électromagnétique se propage de proche en proche dans tout le domaine de calcul. L'onde est parfaitement absorbée par les couches PML lorsqu'elle atteint les frontières.

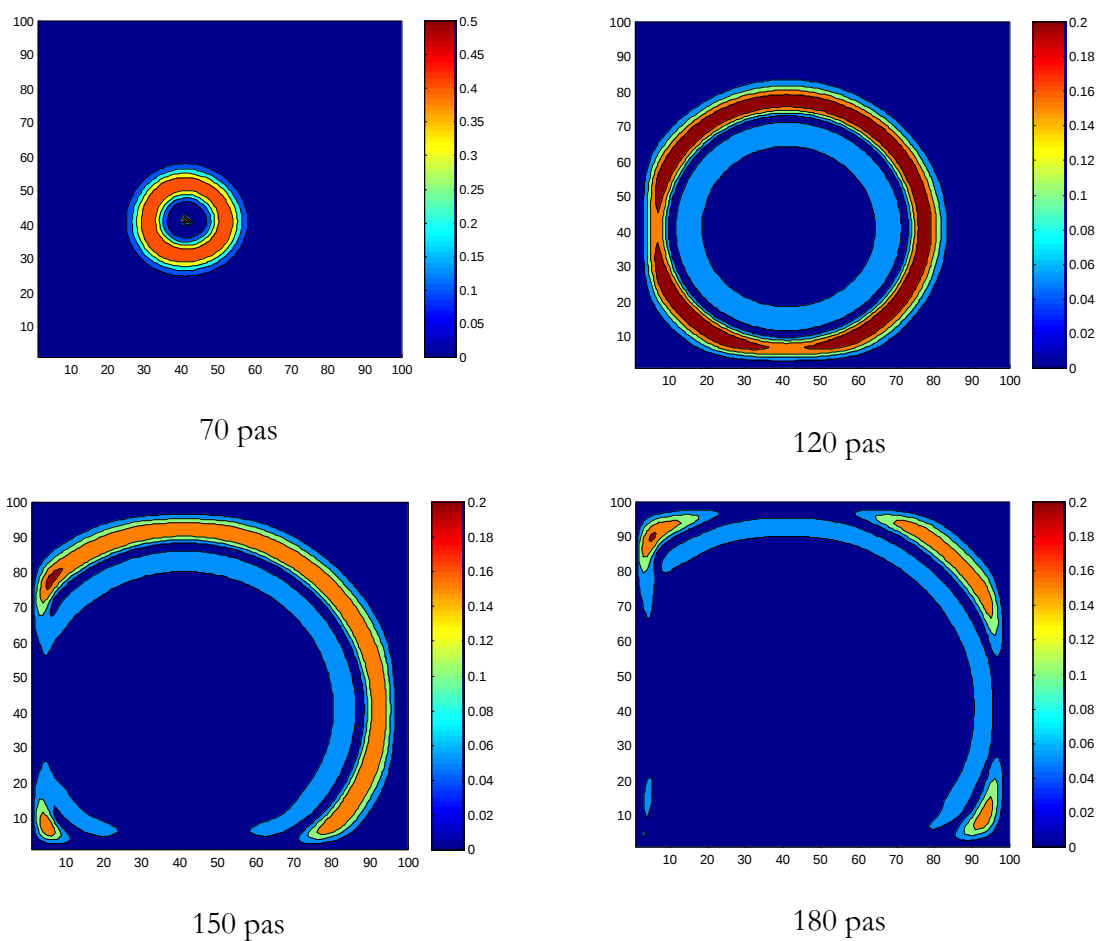


Figure III. 6. Distribution en 2D du champ électrique total dans un espace libre

Dans ce qui suit, nous exploitons cette méthode (FDTD-2D) pour le calcul de la permittivité effective des composites granulaires, hétérogènes et sans pertes en 2D. Via une seule impulsion, on peut évaluer la permittivité macroscopique (effective) des composites virtuels et réels en quasi-statique et en micro-onde.

III.3. Modèle de simulation

Le modèle de la simulation FDTD-2D présenté sur la figure III.7 est celui traité dans les articles [114,115]. Les inclusions de permittivité ϵ_2 , qui modélisent les grains du matériau composite, sont immergées dans une matrice de permittivité ϵ_1 . Le matériau est enfermé dans un guide TEM (Transverse Electrique Magnétique) formé de deux plaques métalliques parallèles séparées par une distance d . Ces plaques sont supposées infiniment longues dans la direction de propagation. Elles sont supposées parfaitement conductrices. Le matériau composite est supposé aussi sans pertes. Aux extrémités du guide, des conditions aux limites PML sont incorporées afin de tronquer le domaine de calcul, de simuler une onde plane dans une région infinie et d'absorber les réflexions parasites qui viennent perturber la réponse du matériau hétérogène. Les différentes échelles d'espace caractérisant la structure sont choisies de telle façon à ce que la longueur d'onde soit largement grande par rapport à la dimension moyenne des inclusions et afin d'adopter l'approche du milieu effectif.

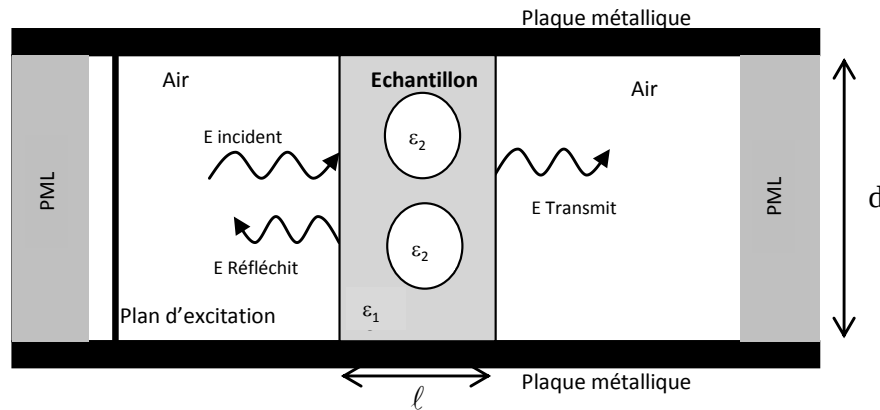


Figure III. 7. Modèle de simulation FDTD-2D

Les échantillons composites créés numériquement sont placés dans le guide TEM. Chaque simulation FDTD-2D calcule la variation temporelle du champ électrique ($E_x(t)$; $E_y(t)$) après une excitation par une impulsion Gaussienne large bande fréquentielle au niveau du plan d'excitation (figure III.7). Un passage au domaine fréquentiel des grandeurs E_x et E_y

est assuré par la transformée de Fourier. Le module du coefficient de réflexion $|R_{\text{FDTD}}|$ est calculé à partir du champ électrique réfléchi sur la section du composite. On calcule E_{ref} en deux étapes : (1) une première simulation à vide (sans échantillon) afin de déterminer le champ incident E_{inc} . E_{inc} est relevé une cellule après le plan d'excitation, (2) à la seconde simulation, avec l'échantillon composite, le champ total E_{tot} est relevé à la même position que dans la première simulation. Le champ réfléchi E_{ref} est obtenu en soustrayant de E_{tot} le champ incident de la simulation précédente. Le coefficient de réflexion R_{FDTD} est ensuite évalué à partir de la transformée de Fourier des résultats temporels.

$$|R_{\text{FDTD}}| = \left| \frac{F(E_{\text{tot}} - E_{\text{inc}})}{F(E_{\text{inc}})} \right| \quad (\text{III.24})$$

Les pas temporels et spatiaux sont choisis de façon à préserver la stabilité numérique pendant la simulation. Avec un nombre suffisant de pas temporels, la relaxation de la structure sera effectivement réalisée. La permittivité effective peut être déduite à partir de $|R_{\text{FDTD}}|$ en le comparant itérativement avec le module du coefficient de réflexion théorique $|R_{\text{Th}}|$ obtenu via la théorie des lignes de transmission :

$$|R_{\text{Th}}| = \frac{\left| (1 - \epsilon_{\text{eff}}) \tan\left(\frac{\omega \ell}{c} \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}}\right) \right|}{\sqrt{4\epsilon_{\text{eff}} + (1 + \epsilon_{\text{eff}})^2 \tan^2\left(\frac{\omega \ell}{c} \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}}\right)}} \quad (\text{III.25})$$

Avec : ω est la pulsation angulaire, ℓ est l'épaisseur du matériau, ϵ_{eff} la permittivité relative du matériau et c est la vitesse de propagation de la lumière dans le vide. Le processus itératif est arrêté si la condition $||R_{\text{FDTD}}| - |R_{\text{Th}}|| < 10^{-4}$ est atteinte aux fréquences très inférieures à la fréquence de coupure du guide $f_c = c/(2d)$.

III.4. Test initial

Afin de valider notre code FDTD-2D et le modèle de simulation, nous retrouvons via les équations (III.24) et (III.25) les permittivités diélectriques de deux échantillons homogènes $\epsilon=2$ et 10 sur la bande fréquentielle $[0-1.5]$ GHz. Nous choisissons les paramètres suivants : $\Delta_x = \Delta_y = 2.5$ mm, $\Delta t = 0.555$ ps et $\ell = d = 25$ cm. La fréquence de coupure du guide est $f_c \approx 600$ MHz. Sur la figure III.8, nous présentons les allures temporelles de E_{inc} et E_{ref} , et sur les figures III.9 et III.10, on présente les modules des coefficients de réflexion $|R_{\text{FDTD}}|$ comparés avec les modules théoriques. Un bon accord entre $|R_{\text{FDTD}}|$ et $|R_{\text{Th}}|$ dépasse f_c en cas des échantillons homogènes. Mais lors des simulations des matériaux composites granulaires,

$|R_{\text{FDTD}}|$ coïncide avec $|R_{\text{Th}}|$ sur une bande fréquentielle plus réduite que celle en cas des matériaux homogènes, du fait que les inclusions excitent les modes d'ordres supérieures.

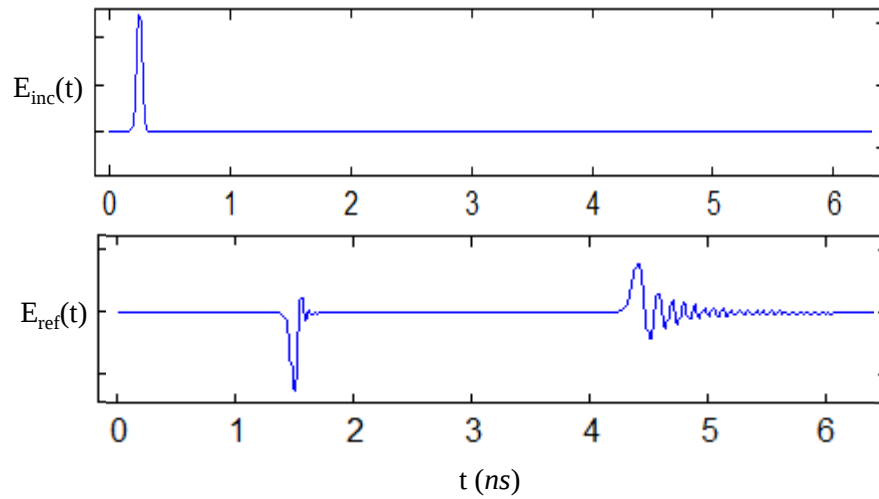


Figure III. 8. Allure des variations temporelles du module du champ incident $E_{\text{inc}}(t)$ et du champ réfléchi $E_{\text{ref}}(t)$

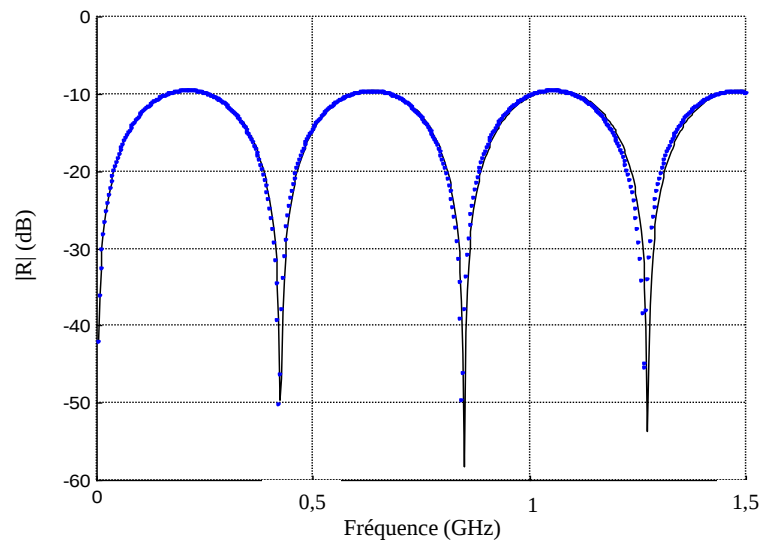


Figure III. 9. Comparaison entre le module de réflexion calculé par la simulation FDTD-2D (trait en pointillés) et sa valeur théorique obtenue via l'équation (III.25) (trait plein) pour un matériau homogène de $\varepsilon=2$

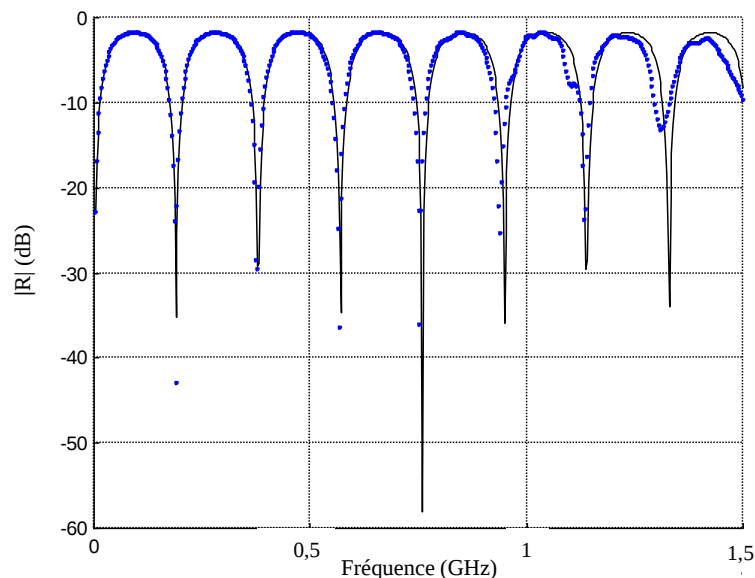


Figure III. 10. Comparaison entre le module de réflexion calculé par la simulation FDTD-2D (trait en pointillés) et sa valeur théorique obtenue via l'équation (III.25) (trait plein) pour un matériau homogène de $\epsilon=10$

III.5. Génération d'échantillons de composites granulaires

Le programme MATLAB génère 100 spécimens virtuels hétérogènes dont les inclusions occupent les pixels carrés (cellules) de la grille FDTD-2D. Le maillage des échantillons est de 100×100 pixels (5×5 cm²). Les inclusions sont dispersées aléatoirement et uniformément sur la matrice avec différentes fractions surfaciques allant de 0% à 100%. Par exemple, un échantillon composite de fraction volumique de 20% contient 2000 inclusions. Sur la figure III.11, nous avons présenté quelques spécimens virtuels avec différentes fractions surfaciques. Ces échantillons virtuels sont placés dans le guide TEM décrit ci-dessus:

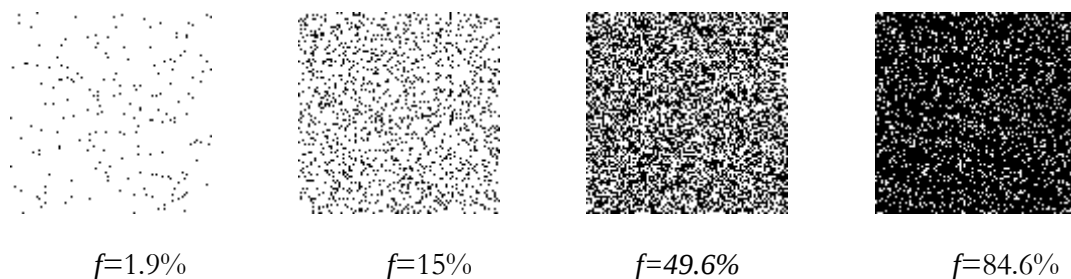


Figure III. 11. Echantillons virtuels du composite granulaire avec différentes fractions surfaciques f d'inclusions (pixels noirs)

III.6. Résultats des simulations

On exécute le code FDTD-2D pour les 100 échantillons granulaires créés par le programme MATLAB et pour différentes permittivités de la matrice $\varepsilon_1=1, 10, 20, 30$. La permittivité des grains (inclusions) est égale à $\varepsilon_2=40$. La figure III.12 présente la variation de la permittivité effective en fonction de la fraction surfacique pour différents contrastes de permittivité. Si le contraste $k=\varepsilon_2/\varepsilon_1$ diminue, la permittivité effective du matériau tend à être linéaire. Mais pour des contrastes plus élevés, la non-linéarité commence à être très remarquable.

Suite à ces résultats de simulation, on modélise le composite granulaire Dioxyde de Titane (TiO_2)/Epoxyde ($k=\varepsilon_2/\varepsilon_1=114/3.7=30.81$). En comparaison avec les modèles de Looyenga [46], de Böttcher [47] et les mesures expérimentales [113], le composite TiO_2 /Epoxyde peut être modélisé par une structure granulaire en deux dimensions jusqu'à une concentration de 25% (figure III.13).

Une meilleure estimation de la permittivité est obtenue que les lois de mélange. Pour des matériaux composites granulaires dont le contraste k est encore plus faible, les résultats FDTD-2D sont expérimentalement valides pour des fractions surfaciques encore plus supérieures. Une réduction en temps de calcul et en complexité du programme sont très remarquables par rapport aux structures 3D [113].

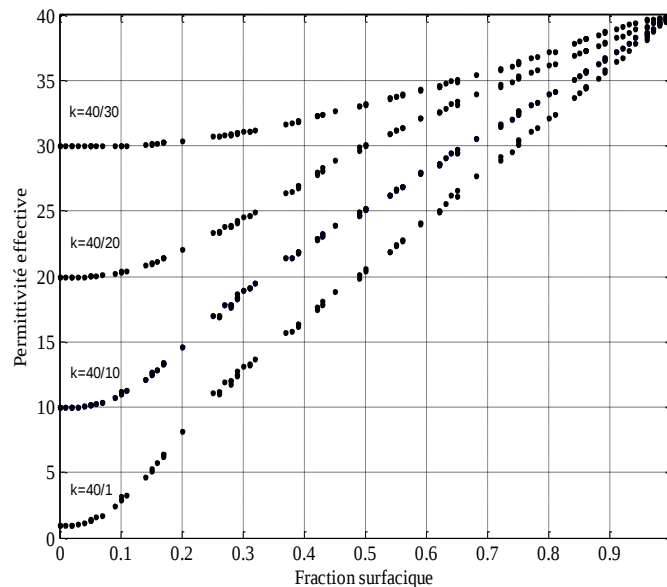


Figure III. 12. *Variation de la permittivité effective des échantillons granulaires en fonction de la fraction surfacique*

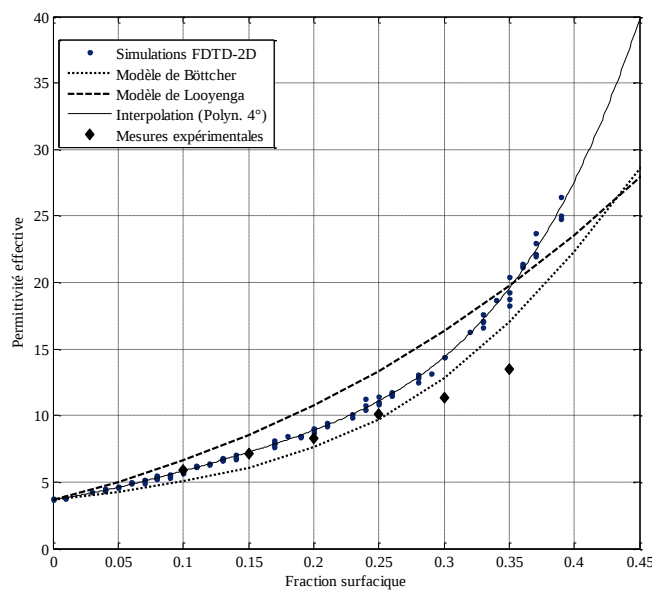


Figure III. 13. Permittivité effective du composite TlO_2 /Epoxyde. Le composite est modélisé par 100 spécimens de fraction surfacique entre 0 et 40%. La fraction des inclusions est volumique pour ♦

III.7. Application aux images réelles des composites granulaires

Vu son aspect dynamique, la FDTD-2D permet de simuler les composites granulaires en quasi-statique et en micro-onde. Des images réelles des composites [116] subissent un traitement de redimensionnement en (100x100) pixels et de binarisation afin de les rendre compatibles avec le maillage FDTD (figures III.14, III.15 et III.16). Nous traitons le cas où les inclusions du composite sont bien distinguées sur les clichés. Les inclusions sont représentées par les pixels noirs et la matrice par les pixels blancs. Ces images subissent un prétraitement numérique de telle sorte que chaque pixel doit être noir ou blanc. Un bouclage sur tous les pixels de l'image et à partir d'un seuil du niveau de gris au-dessous duquel le pixel est choisi noir (valeur 0). Ce seuil est calculé via la fonction de corrélation bidimensionnelle entre les deux images. La meilleure ressemblance est obtenue lorsque le coefficient de corrélation est maximal (figures III.14.b, III.15.b et III.16.b). Par exemple, la ressemblance entre l'image originale et l'image binarisée est maximale si les seuils des niveaux de gris sont choisis égaux à 150, 100 et 165 en cas des images des figures III.14 (a et c), III.15 (a et c) et III.16 (a et c) respectivement. Dans l'intervalle fréquentiel ($f \leq 600$ MHz) où les coefficients de réflexion théorique et simulé sont en accord (figures III.14.d et III.15.d), on peut déduire la valeur de la permittivité effective du matériau via l'équation (III.25). Notons que $k = \epsilon_2/\epsilon_1 = 40/2$ pour les figures III.14 et 15 et $k = \epsilon_2/\epsilon_1 = 10/2$ pour la figure III.16.

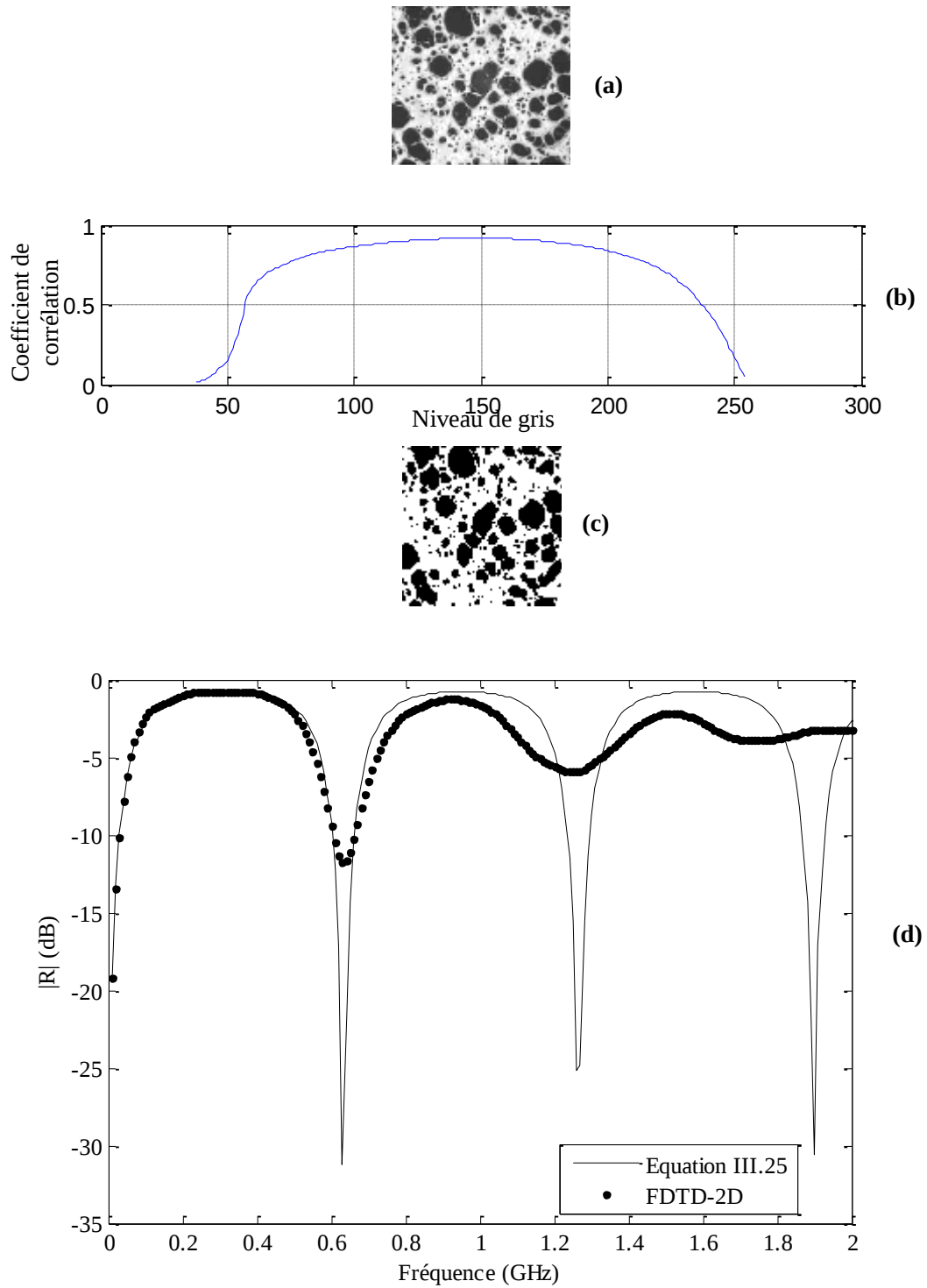


Figure III. 14. Etapes de détermination de la permittivité effective. La fraction surfacique des inclusions est 57% et la permittivité effective est égale à 22.3 aux basses fréquences

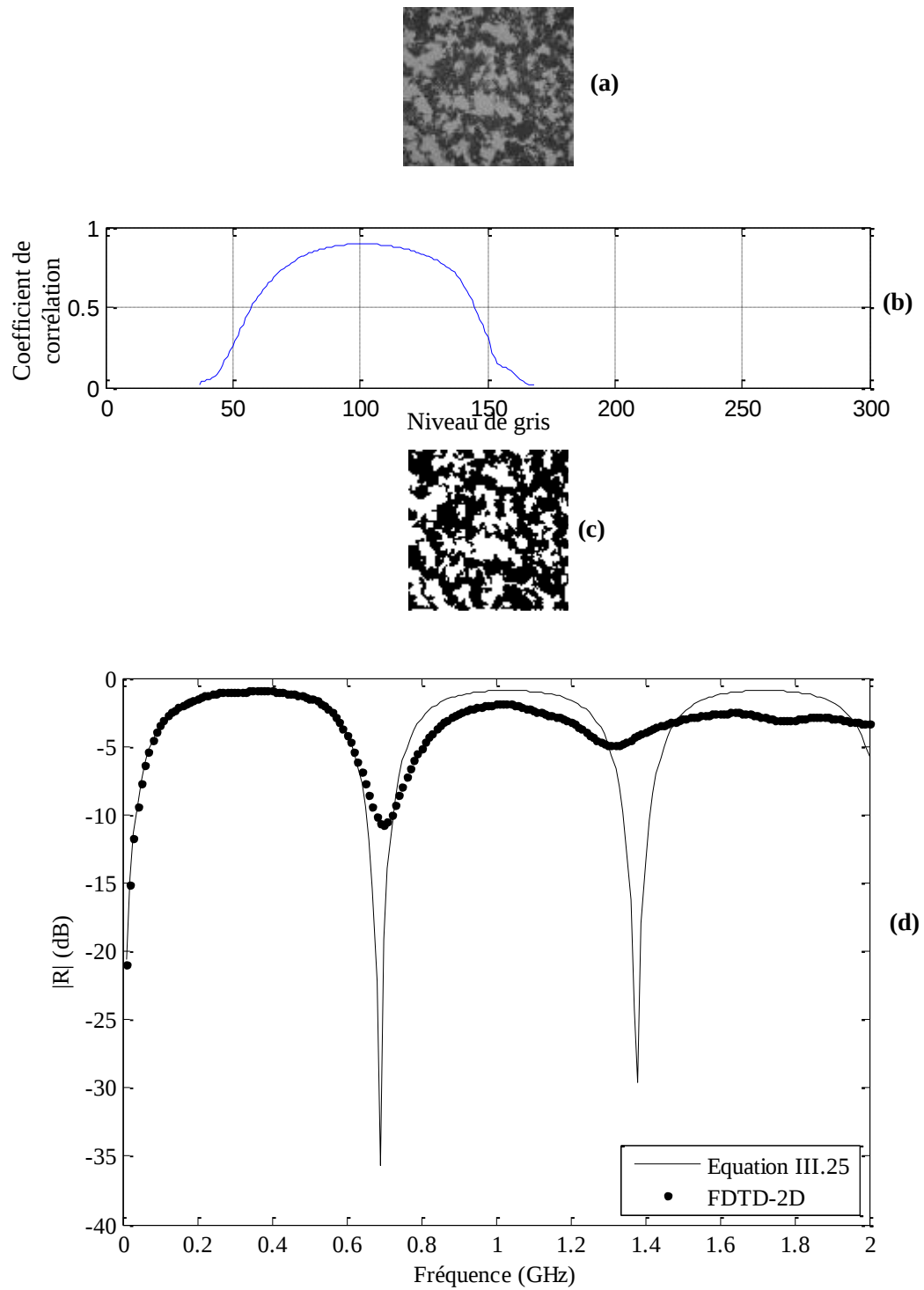


Figure III. 15. Etapes de détermination de la permittivité effective. La fraction surfacique des inclusions est 44% et la permittivité effective est égale à 19 aux basses fréquences

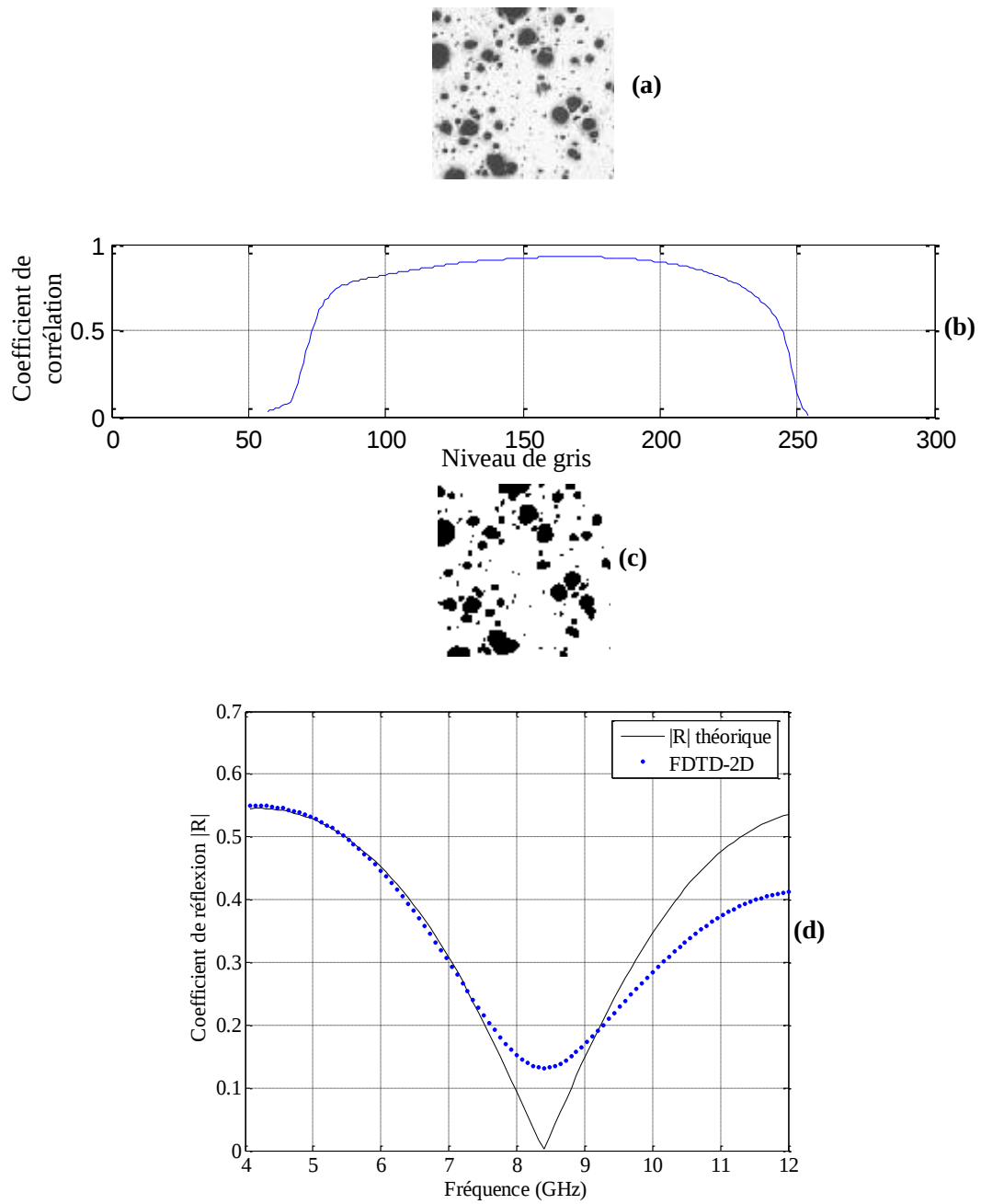


Figure III. 16. Etapes de détermination de la permittivité effective en micro-onde. La fraction surfacique est 19.3% et la permittivité effective est égale à 3.4

A partir du coefficient de réflexion $|R_{\text{FDTD}}|$ calculé, on peut estimer la permittivité effective du composite même en micro-onde. Pour le cas de la figure III.16, on choisit la distance entre les plans métalliques du guide $d=1 \text{ cm}$ pour étendre la fréquence de coupure à $f_c=15 \text{ GHz}$ et avoir la possibilité de calculer la permittivité effective des échantillons dans la bande $[4-12] \text{ GHz}$ où règne le mode TEM. Les autres paramètres sont choisis comme suit : $\Delta_x=\Delta_y=\Delta=0.1 \text{ mm}$, $\Delta t=0.1 \text{ ps}$, $\varepsilon_1=2$, $\varepsilon_2=10$ et $f=19.3\%$. La structure est excitée par une sinusoïde modulée par une Gaussienne de spectre fréquentiel $[4-12] \text{ GHz}$.

La permittivité effective estimée via le module du coefficient de réflexion est égale à 3.4. Le module $|R_{\text{FDTD}}|$ des figures ci-dessous ne coïncide pas exactement avec le module théorique sur toutes les bandes des fréquences comme c'est le cas des échantillons homogènes. Ceci est dû au fait qu'au fur et à mesure qu'on remonte en fréquence, les grains du matériau composite provoquent l'excitation des modes d'ordres supérieurs.

L'approche du milieu effectif n'est valable que si la dimension caractéristique des inclusions est très faible devant la longueur d'onde (limite quasi-statique). Afin d'améliorer la précision, on peut calculer la moyenne des constantes diélectriques effectives trouvées pour plusieurs clichés du même matériau composite.

III.8. Conclusion

Dans ce chapitre, la méthode des différences finies dans le domaine temporel à deux dimensions FDTD-2D a été utilisée pour simuler des composites hétérogènes à deux phases sans pertes et pour calculer leur permittivité effective. Le modèle de simulation est un guide TEM à deux plans métalliques parallèles. En cas de matériaux homogènes, le coefficient de réflexion théorique coïncide parfaitement avec celui calculé via la FDTD-2D sur toute la bande fréquentielle inférieure à la fréquence de coupure du guide. Par contre, en cas d'échantillons composites, les coefficients de réflexion théorique et simulé se coïncident qu'aux faibles fréquences. Par la suite, on peut déduire la permittivité effective des échantillons. Ces échantillons peuvent être créés numériquement via un programme qui disperse les inclusions de façon aléatoire et uniforme dans la matrice, comme ils peuvent être des images réelles de composites hétérogènes où les inclusions sont bien distinguées sur les clichés. Ces clichés sont traités numériquement afin de les rendre compatibles avec le maillage FDTD-2D. La méthode permet de calculer la permittivité effective en quasi-statique et en micro-onde.

Chapitre IV

Caractérisation de matériaux composites diélectriques par la méthode des éléments finis

IV.1. Introduction

La méthode des éléments finis (FE) est un outil numérique très puissant largement utilisé pour simuler des phénomènes physiques, cet outil a fait preuve de sa robustesse. Durant tout ce chapitre, nous utiliserons le logiciel COMSOL MultiPhysics ® basé sur le code des éléments finis pour simuler et modéliser des matériaux composites périodiques et aléatoires.

Les matériaux périodiques étudiés sont formés d'inclusions cylindriques croisées suivant un arrangement périodique et immergées dans une matrice diélectrique. Les résultats numériques vont permettre de mettre en évidence les effets sur la permittivité effective de la fraction volumique, du contraste de permittivité et de la couche interphase en cas des inclusions recouvertes d'une autre couche diélectrique. L'effet de l'interphase est peu traité dans la littérature malgré son existence dans les matériaux composites réels.

La deuxième partie de l'étude est consacrée à l'évaluation de l'effet de la fraction surfacique et de la forme des inclusions sur la permittivité effective. Les inclusions sont dispersées aléatoirement et uniformément dans la matrice diélectrique. D'autres simulations vont être effectuées sur un matériau composite grains de Graphite/Téflon avec différentes concentrations des grains sur une large bande fréquentielle [8.2-40] *GHz*. La technique de caractérisation micro-onde en T/R introduite dans le chapitre 2 a été appliquée sur les résultats numériques de COMSOL pour calculer la permittivité effective complexe du matériau composite étudié. L'évolution de la permittivité effective en fonction de la fréquence pour différentes concentrations (dans la limite diluée) des grains du Graphite va permettre de concevoir un matériau composite absorbant des ondes électromagnétiques à faible épaisseur. Les matériaux absorbants trouvent leurs applications dans les domaines militaire et civil.

IV.2. Cas de composites périodiques en 3D

Les propriétés effectives des matériaux composites périodiques sont étroitement liées à la composition et l'arrangement des phases constituantes vis-à-vis du champ électrique externe. En littérature, on trouve plusieurs articles qui traitent le comportement diélectrique de telles hétéro-structures. Dans la limite quasi-statique, nous utilisons la méthode des éléments finis pour évaluer la permittivité effective des composites périodiques sans pertes à deux et à trois phases. Les deux sous-sections suivantes sont consacrées à la description géométrique des structures périodiques simulées et à la méthodologie du calcul de la permittivité effective. L'outil numérique est exploité pour extraire la permittivité effective en tenant compte de toutes les interactions multipolaires qui contribuent à la polarisation du matériau. Nous étudierons l'impact de la permittivité des inclusions et leur fraction volumique sur la permittivité effective. L'effet de l'interphase sera ensuite évalué. Généralement, la loi de mélange de Maxwell-Garnett échoue à prédire la permittivité effective des matériaux composites périodiques aux fortes concentrations des inclusions et aux contrastes élevés entre les permittivités de la matrice et du renfort. Afin de surmonter le problème de divergence entre les lois de mélange et les résultats de simulation, nous proposons d'apporter une modification à l'équation empirique de McLachlan [48,49] pour reproduire les résultats numériques sans recourir aux simulations. Un gain du temps sera très appréciable en utilisant le modèle obtenu.

IV.2.1. La structure 3D étudiée

a. Structure croisée simple

Notre étude se focalise sur la détermination de la permittivité effective d'une matrice de permittivité ϵ_1 renforcée par des tubes cylindriques croisés et arrangés en trois couches comme le montre la figure IV.1. Les tubes de permittivité ϵ_2 sont en contact permanent même si on change leur rayon r . Avec cette structure, le composite peut avoir des propriétés mécaniques en addition de ses propriétés diélectriques. Ceci sera très utile si le composite subit une contrainte mécanique. Via la méthode des éléments finis, nous étudions l'évolution de la permittivité effective en fonction de la fraction volumique f en changeant le rayon r (r est le rayon des tubes internes en cas de structure à interphase). Vu que la méthode des éléments finis est connue par sa gourmandise en ressources informatiques, on propose d'étudier toute la structure via sa cellule unitaire présentée sur la figure IV.2. Les conditions aux limites périodiques $\partial V / \partial n = 0$ sont affectées aux plans perpendiculaires aux directions x et y . Une différence de potentiel $V_1 - V_2 = 1$ V est appliquée aux plans supérieur et inférieur de la cellule. r , ϵ_2 , h et ϵ_1 sont le rayon et la permittivité des tubes cylindriques, la hauteur de la cellule unitaire et la permittivité de la matrice respectivement. n est le vecteur unitaire normal sortant. Notons

qu'aucun chevauchement n'existe entre les tubes et la fraction volumique maximale est égale à 78.53%.

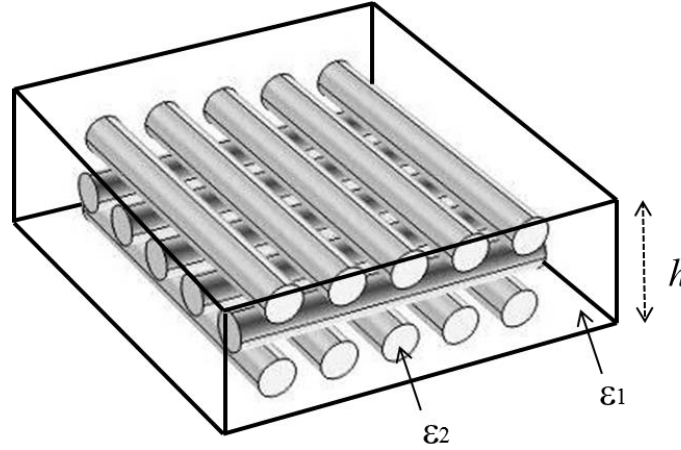


Figure IV. 1. Structure du matériau composite périodique étudié

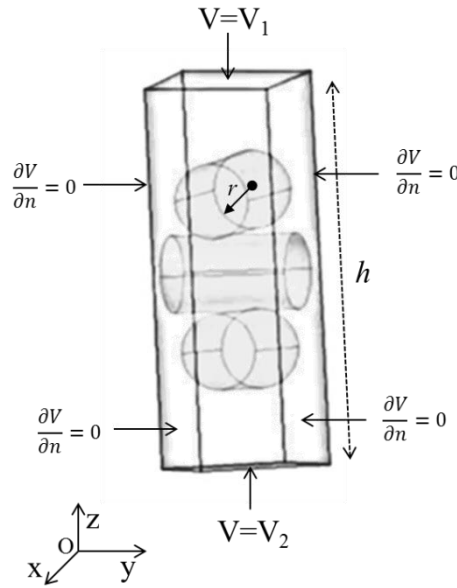


Figure IV. 2. Cellule unité du matériau composite de la figure IV.1 à tubes simples

b. Structure croisée stratifiée

Les composites à inclusions enrobées par une couche interphase sont omniprésents dans une large gamme de structures et d'architectures. Jusqu'à présent, la connaissance de leur comportement diélectrique, même pour des structures périodiques élémentairement simples,

est peu connu. Dans la majorité des cas d'étude, l'interphase est considérée inexistante et son effet a été ignoré malgré que les phénomènes de diffusion et de pénétration existent entre les phases. Mais la recherche dans ce sens est en évolution pour concevoir de nouveaux matériaux composites de hautes performances, de faibles coûts et en grandes quantités. [117,118,119].

Dans le but d'étudier l'effet de l'interphase sur le comportement de la permittivité effective, on propose d'étudier la même structure périodique de la figure IV.1, avec des tubes revêtus par une couche de permittivité ϵ_3 et d'épaisseur e . Sur la figure IV.3 on présente la cellule unité à tubes stratifiés. Durant les simulations, nous changeons e et ϵ_3 en gardant la fraction volumique globale f constante (fraction volumique des tubes internes plus interphase), afin de mettre en évidence l'influence de l'interphase seule.

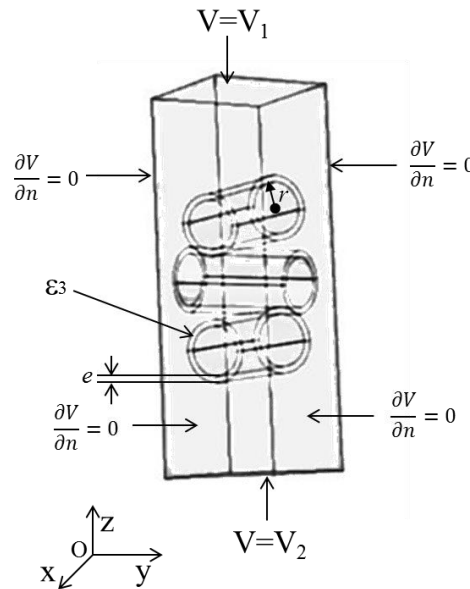


Figure IV. 3. Cellule unité du matériau composite de la figure IV.1 à tubes recouvert par une couche interphase

IV.2.2. Méthodologie de calcul de la permittivité effective

Actuellement, l'introduction de l'outil informatique est devenue incontournable pour simuler et comprendre le comportement diélectrique des hétéro-structures. Cependant, plusieurs cas d'études ont permis de déduire des lois de mélange semi-empiriques basées sur des résultats numériques. On trouve ce genre de recherche pour des matériaux composites aléatoires [32,35,37,60]. Dans ce travail, nous apporterons des modifications à l'équation de

McLachlan suite aux résultats de simulation du composite périodique de la figure IV.1. Ces simulations calculent la permittivité effective du matériau en quasi-statique via la résolution de l'équation de Laplace par la méthode des éléments finis et l'utilisation des conditions aux limites appropriées.

Considérons le condensateur à deux plans métalliques parallèles des figures IV.2 et IV.3, distancés par h et soumis à une différence de potentiel ($V_1 - V_2 = 1$ V). Résoudre le problème revient à trouver la distribution du potentiel à l'intérieur de la cellule unité via la résolution de l'équation de Laplace :

$$\nabla(\varepsilon_0 \varepsilon(r) \nabla V) = 0 \quad (\text{IV.1})$$

Avec $\varepsilon(r)$ et V sont la permittivité relative locale et la distribution spatiale du potentiel dans la cellule avec une densité des charges libres nulle. $\varepsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$ est la permittivité du vide. L'énergie électrostatique W peut être exprimée en fonction des dérivées partielles de V dans tout le volume de la cellule unité :

$$W = \frac{1}{2} \iiint \varepsilon(x, y, z) \left[\left(\frac{\partial V}{\partial x} \right)^2 + \left(\frac{\partial V}{\partial y} \right)^2 + \left(\frac{\partial V}{\partial z} \right)^2 \right] dx dy dz \quad (\text{IV.2})$$

L'effet de bord est éliminé en imposant des conditions aux limites périodiques $\partial V / \partial n = 0$ aux plans parallèles à la direction (Oz). La permittivité effective est calculée à partir de l'énergie stockée dans le condensateur :

$$W = \frac{1}{2} \varepsilon_0 \varepsilon_{eff} \frac{S}{h} (V_1 - V_2)^2 \quad (\text{IV.3})$$

S est la surface des plans métalliques. Suite à cette approche, nous avons utilisé le code d'éléments finis Comsol MultiPhysics qui intègre tous les outils nécessaires au développement des modèles quasi-statiques et leurs résolutions.

Le calcul de la permittivité effective des structures hétérogènes 2D ou 3D procède en trois étapes : (1) Définition de la cellule unité. L'espace du calcul est rempli par l'arrangement désiré et les permittivités relatives ε_1 et ε_2 sont affectées à la matrice et aux inclusions respectivement. (2) Génération automatique d'un maillage fin permettant une très bonne approximation du domaine spatial. (3) Calcul de la distribution spatiale du potentiel local à l'intérieur du domaine de calcul où il n'y a ni charges libres, ni courants. Cette distribution est obtenue via la résolution de l'équation (IV.1).

IV.2.3. Résultats de simulation et discussion

a. Paramètres de simulation

On considère les figures IV.2 et IV.3 où les cellules unités du matériau composite périodique ont des dimensions de $(0.5 \times 0.5 \times 0.3) \text{ cm}^3$. Durant toutes les simulations, les différentes phases sont initialement déchargées et ne contiennent plus de charges libres. Le champ électrique externe est appliqué dans la direction (Oz) perpendiculaire aux axes de révolution des tubes cylindriques. En changeant r de 0.01 cm à 0.05 cm , f change aussi de 3.14% à 78.53% . Les inclusions cylindriques sont en contact permanent sans aucun chevauchement. Nous nous intéressons aux deux cas suivants : (1) les effets de la fraction volumique f et du contraste de permittivité $k = \epsilon_2 / \epsilon_1$ sur la permittivité effective en cas des tubes simples. (2) les effets de la permittivité ϵ_3 et l'épaisseur e de l'interphase sur la permittivité effective en cas des tubes stratifiés. Dans ce dernier cas, f est fixée à 10.64% , 30.38% et 60% pour différentes valeurs de e/r en variant ϵ_3 de 2 à 300. C'est-à-dire que si e augmente, r diminue afin de garder f constante et mettre en évidence que l'effet de l'interphase.

b. Effets du contraste de permittivité et de la fraction volumique

En cas de tubes simples (figure IV.2), l'effet du contraste de permittivité k entre les tubes et la matrice et aussi l'effet de la fraction volumique f sur la permittivité effective seront présentés. On considère une matrice diélectrique sans pertes de permittivité $\epsilon_1 = 2$. Plusieurs simulations ont été effectuées en changeant f de 3.14% à 78.53% pour des permittivités relatives des tubes ϵ_2 égales à 10, 40, 160 et 320. Les contrastes correspondants sont 5, 20, 80 et 160, respectivement. Sur la figure IV.4, on présente l'évolution de la permittivité effective en fonction de la fraction volumique des cylindres. Les résultats de simulation sont comparés avec la loi de mélange de Maxwell-Garnett. Deux caractéristiques saillantes peuvent être observées. D'une part, la prédiction de Maxwell-Garnett est acceptable jusqu'à 40% de f pour tout $5 < k \leq 160$. Pour $k \leq 5$, la prédiction est admissible sur tout l'intervalle étudié. En d'autre part, pour des f au-delà de 40% et $k > 5$, la loi de Maxwell-Garnett est incapable d'estimer la permittivité effective et une divergence entre les résultats numériques et la loi de mélange est observée. Ce comportement divergent remarqué sur les figures IV.4-b, c et d est dû principalement aux interactions multipolaires cylindres-cylindres qui deviennent très significatives aux fortes concentrations.

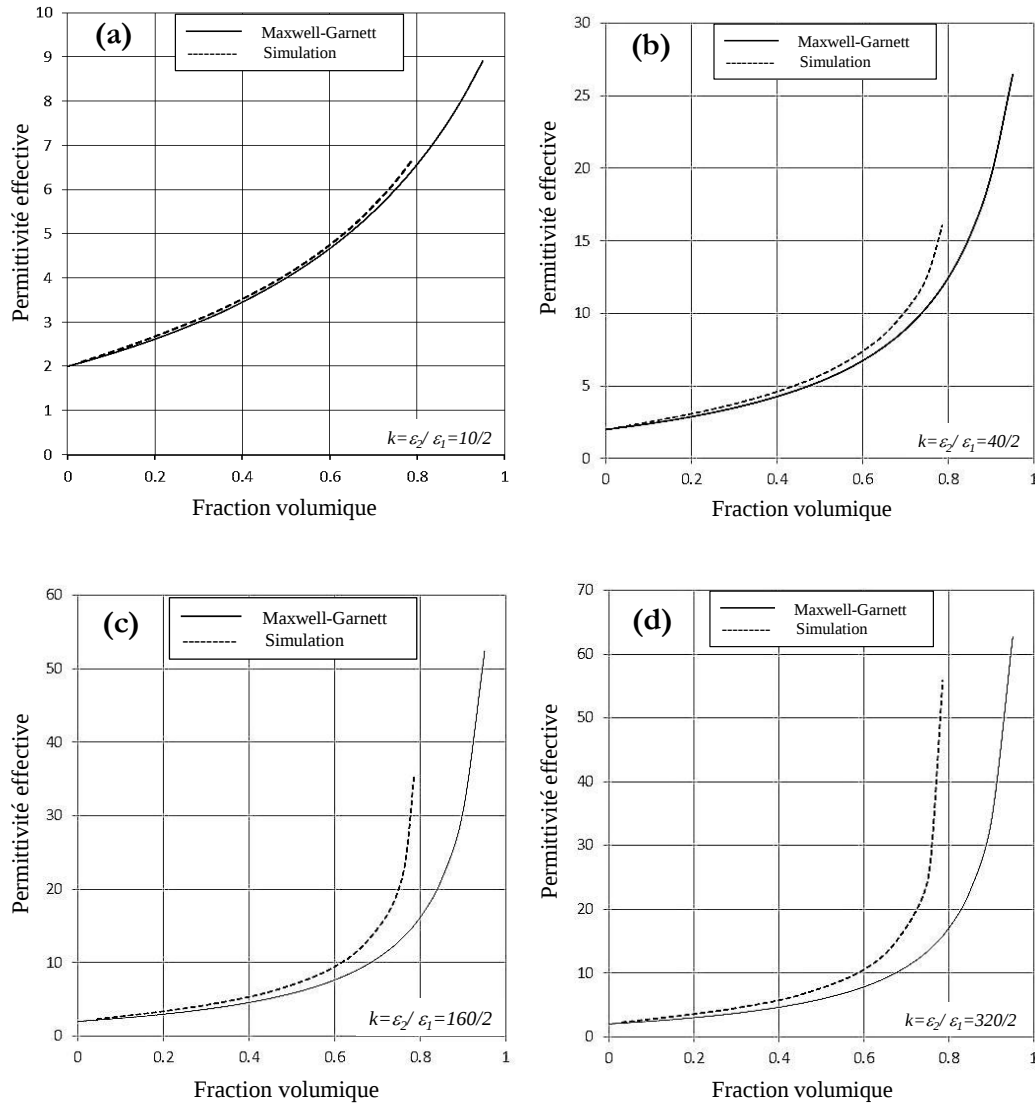


Figure IV. 4. Evolution de la permittivité effective en fonction de la fraction volumique du matériau composite de la figure IV.1

Pour remédier à ce problème et retrouver exactement l'ensemble des résultats de simulation à l'aide d'un modèle de milieu effectif, nous proposons d'apporter une modification à l'équation de McLachlan (I.40) qui consiste à considérer l'exposant s une variable dépendante de f et k . Le deuxième exposant t est choisi égal à 1. Il ne s'agit qu'un choix parmi d'autres, nous pouvons maintenir s constant et chercher les valeurs de t qui vont satisfaire l'équation de McLachlan en reproduisant les mêmes valeurs des simulations. Notons que pour des exposants s et t constants à la fois, la loi de McLachlan n'offre pas une bonne interpolation des résultats numériques sur tout l'intervalle de f et pour différents contrastes. Suite aux valeurs de la permittivité effective obtenues par simulation pour $k=5, 20, 80$ et 160 , le programme retrouve les valeurs de s ($t=1$) qui permettent à l'équation de McLachlan de

reproduire exactement les résultats de simulation. La figure IV.5a est une sorte d'abaque donnant graphiquement les valeurs de s en tenant compte du contraste k . Ce dernier est responsable lui aussi, du comportement divergent entre les lois de mélange et les résultats de simulation. Pour $k=5$, s décroît lentement en fonction de f sur tout l'intervalle [3.14%-78.53%] aux alentours de 1.4. Contrairement au fort contraste $k=160$, s décroît de 3.1 à 0.9 pour le même intervalle. Les figures IV.5 b et c représentent les variations de $s(f,k)$ pour $t=2$ et 3, respectivement.

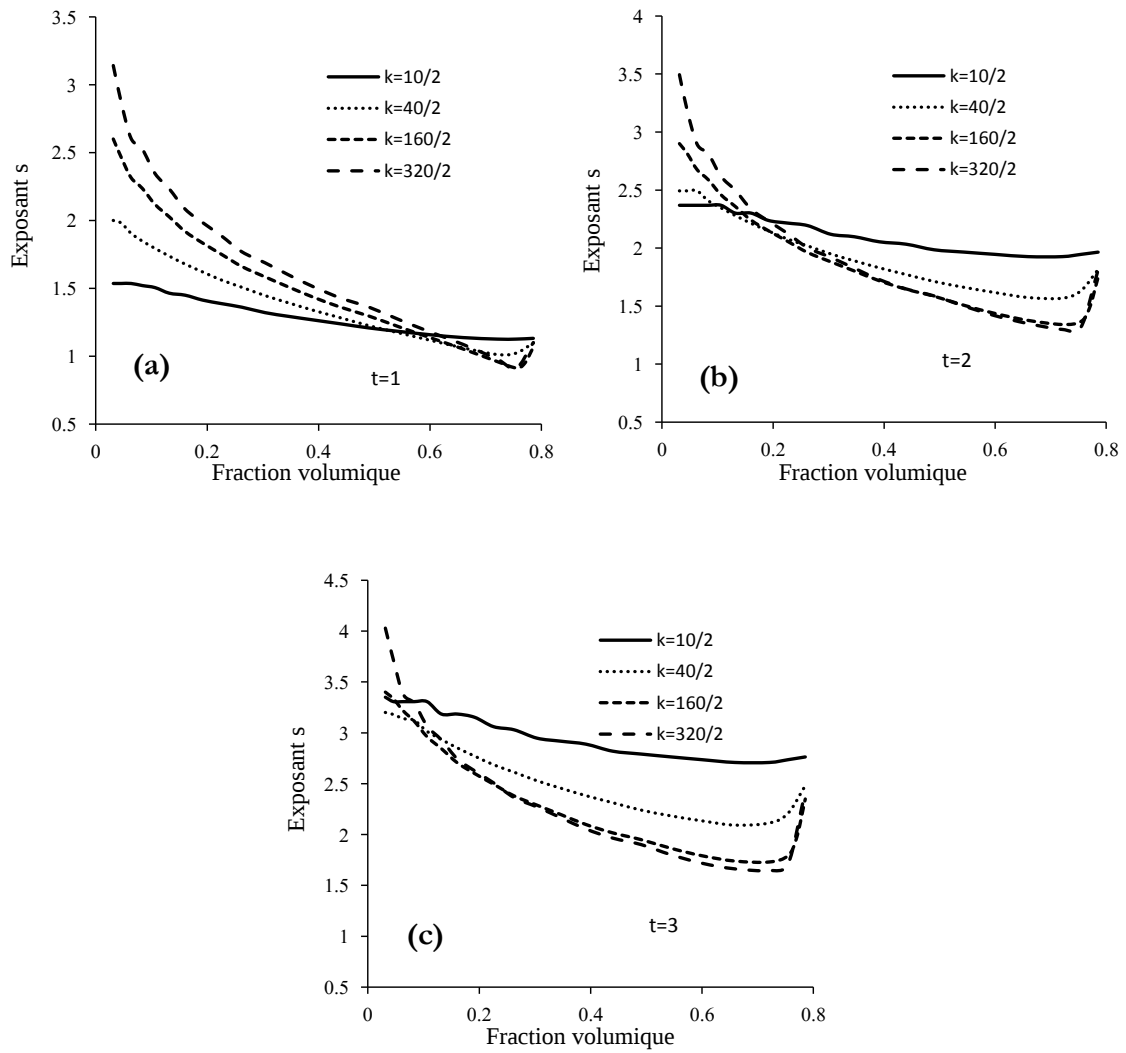


Figure IV. 5. Evolution de l'exposant s de l'équation de McLachlan en fonction de la fraction volumique pour différents contrastes de permittivité k

Retrouver les valeurs de s graphiquement n'est pas un moyen pratique au niveau précision, surtout lorsqu'il s'agit de retrouver des valeurs de s pour un contraste non simulé. Nous proposons d'interpoler tous les résultats numériques et de tirer un modèle mathématique de s pour tout k compris entre 5 et 160 et f entre 0% et 78%. Cependant la loi de McLachlan devient plus flexible et permet d'obtenir des résultats de la permittivité effective sans recourir aux simulations. Le modèle $s(f,k)$ est obtenu en utilisant l'outil d'interpolation de MATLAB®. Toutes les données ont été interpolées. Après quelques manipulations, il s'est avéré que des fonctions d'interpolation en puissance et exponentielles décrivent suffisamment, avec un minimum d'erreur, la variation de s pour $k \leq 15$ et $k > 15$ respectivement. Le modèle de $s(f,k)$ a la forme suivante :

$$s(f,k) = \begin{cases} C_1(k)f^{C_2(k)} + C_3(k) & \text{Si } k \leq 15 \\ C_4(k)e^{C_5(k)f} + C_6(k)e^{C_7(k)f} & \text{Si } k > 15 \end{cases} \quad (\text{IV.4})$$

Les coefficients $C_1, C_2 \dots C_7$ ont été déterminés pour tous les contrastes de permittivité simulés et ils sont bien représentés par :

$$\left\{ \begin{array}{l} C_1(k) = -1.284e^{0.0101k} + 1.649e^{-0.1719k} \\ C_2(k) = 0.5846e^{-0.00887k} + 13.55e^{-1.117k} \\ C_3(k) = 1.88e^{0.00839k} - 296.5e^{-1.371k} \\ C_4(k) = 9642e^{-1.787k} + 0.2914e^{0.009674k} \\ C_5(k) = -14.45e^{0.002293k} + 20.01e^{-0.05296k} \\ C_6(k) = 2.042e^{0.001289k} - 3.983e^{-0.1354k} \\ C_7(k) = -1.057e^{0.001233k} + 8.845e^{-0.1764k} \end{array} \right. \quad (\text{IV.5})$$

Le modèle $s(f,k)$ est limité aux valeurs de k comprises entre 5 et 160, mais ne donne pas des résultats erronés ou aberrants au voisinage de cet intervalle.

c. Effets de l'épaisseur et de la permittivité de l'interphase

On s'intéresse dans cette partie à l'influence de l'épaisseur e et de la permittivité ε_3 de l'interphase sur la permittivité effective ε_{eff} . Pour les simulations effectuées, on a pris $\varepsilon_1=2$ et $\varepsilon_2=80$. Pour ε_3 allant de 2 à 300 et pour trois valeurs de la fraction volumique globale (10.64%, 30.38% et 60%), le matériau de la figure IV.3 est simulé pour des rapports de e/r égaux à 30%, 40% et 50%. Les résultats sont représentés sur les figures IV.6a-c. A partir de ces figures, on peut conclure que l'augmentation de ε_3 a un effet sur la permittivité effective. Cet effet est remarqué si ε_3 est légèrement supérieur à la permittivité de la matrice. De plus, la permittivité

effective augmente rapidement puis lentement pour $\epsilon_3 \gg \epsilon_1$. On prend par exemple le cas de $f=60\%$ (figure IV.6c), ϵ_{eff} passe de 3.5 à 6.13 si ϵ_3 change de 2 à 10 et ϵ_{eff} passe de 6.92 à 10.38 si ϵ_3 change de 20 à 300 avec $e/r=30\%$. On note également que l'épaisseur de l'interphase n'a pratiquement pas d'influence sur ϵ_{eff} en cas de $\epsilon_2 \gg \epsilon_1$. Ceci est observé sur toutes les courbes de la figure IV.6, ce qui peut être un avantage supplémentaire lors de la conception des matériaux composites diélectriques périodiques, en combinant des propriétés électromagnétiques et mécaniques via un compromis entre l'épaisseur de l'interphase et le rayon des cylindres internes. Nous estimons que cette caractéristique sera très utile dans différentes applications des matériaux composites.

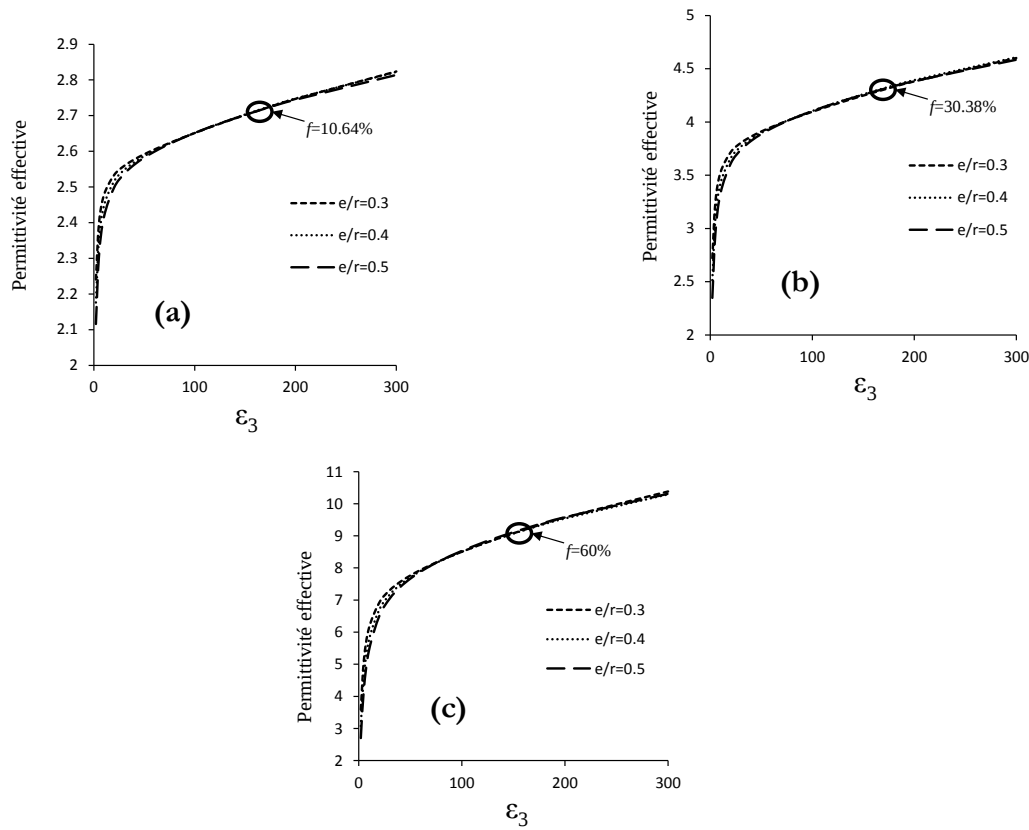


Figure IV. 6. Evolution de la permittivité effective en fonction de la permittivité ϵ_3 et de l'épaisseur e de l'interphase du composite périodique de la figure IV.3

IV.3. Cas de composites aléatoires en 2D

Vu la dépendance de la permittivité effective de plusieurs paramètres, comme la concentration des inclusions, le contraste de permittivité et la forme des inclusions, l'introduction des méthodes numériques, comme la méthode des éléments finis, permet de comprendre le comportement des matériaux composites et d'évaluer le degré d'influence de chaque paramètre. Cette partie est consacrée à la simulation de composites aléatoires par la méthode des éléments finis bidimensionnelle FE-2D. Cette méthode sera utilisée pour simuler des composites aléatoires dont les inclusions sont des grains et des fibres dispersées aléatoirement dans une matrice diélectrique sans pertes. Les résultats numériques seront comparés avec quelques lois de mélange dans le cas des simulations en quasi-statique. Par la suite, nous appliquerons la technique de caractérisation traitée dans le 2^{ème} chapitre pour évaluer numériquement la permittivité effective complexe du composite grains de Graphite/Téflon dans la bande [8.2-40] GHz.

IV.3.1. Simulation en quasi-statique

On s'intéresse à calculer la permittivité effective des matériaux composites diélectriques aléatoires et sans pertes en quasi-statique pour deux formes d'inclusions : (1) grains : modélisés par de petits carrés et (2) fibres : modélisées par des rectangles dont la largeur est très inférieure par rapport la longueur. Ces inclusions de permittivité $\epsilon_2=114$ sont dispersées aléatoirement et uniformément dans une matrice de permittivité $\epsilon_1=3.7$. La méthodologie de calcul de la permittivité effective est celle décrite dans la partie (IV.2.2). La figure IV.7 est une illustration de calcul de la permittivité effective d'un matériau composite aléatoire en cas bidimensionnel.

Une série de simulations ont été effectuées sur 20 échantillons à grains et 100 échantillons à fibres. Des exemples de composites simulés sont présentés sur la figure IV.8.

Le domaine de calcul est carré de surface égale à 1 cm^2 , les fibres ont une surface élémentaire de $(2 \times 0.08) \text{ mm}^2$ (figures IV.8 *a* et *b*) et les grains ont une surface élémentaire de $(0.1 \times 0.1) \text{ mm}^2$ (figures IV.8 *c* et *d*). Tout le domaine est soumis à une différence de potentiel de 1V. Durant toutes les simulations, le matériau composite est initialement déchargé et ne contient plus de charges libres. En cas d'échantillons à fibres, l'angle d'orientation (entre 0° et 180°) est choisi aléatoirement en addition au paramètre position. Les résultats numériques sont comparés avec les lois analytiques de Maxwell-Garnett, Looyenga et Böttcher (figure IV.9).

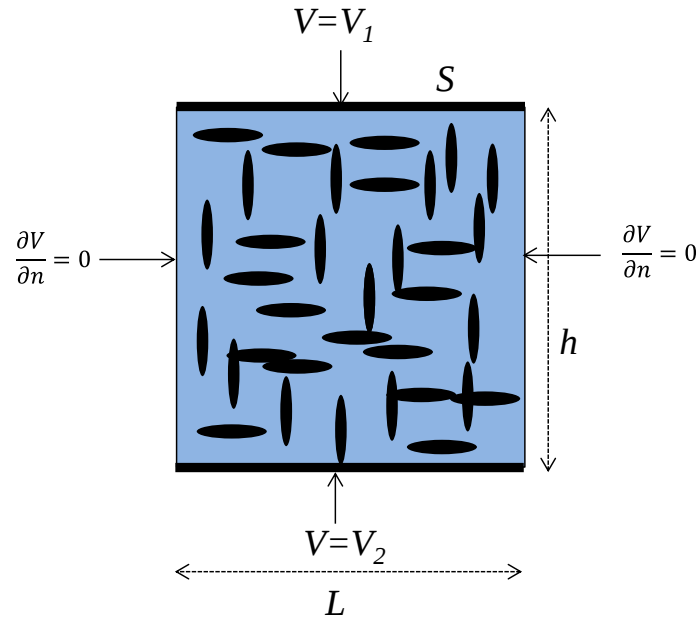


Figure IV. 7. Illustration de calcul numérique de la permittivité effective d'un matériau composite aléatoire. Les inclusions noires sont dispersées aléatoirement dans une matrice homogène

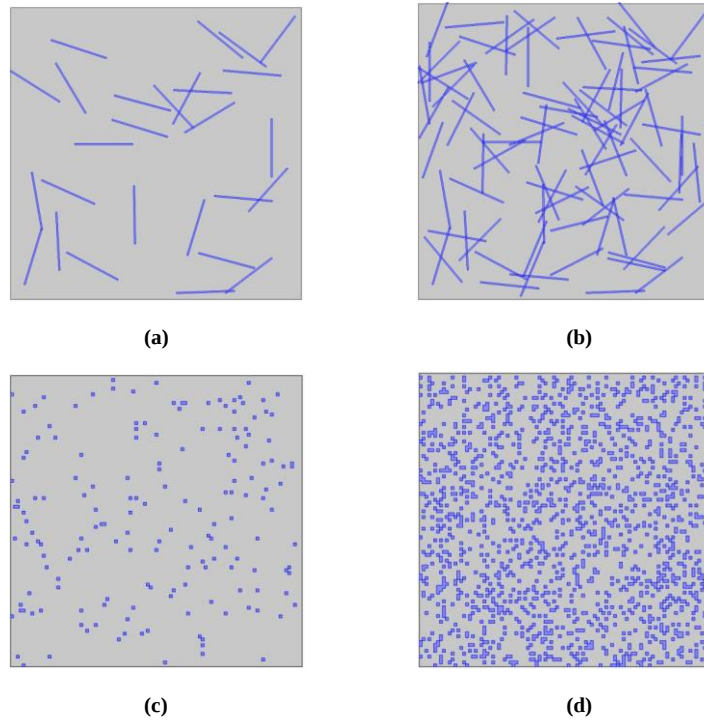


Figure IV. 8. Echantillons de composites aléatoires simulés. Les fractions surfaciques de ces échantillons sont 2.68%, 8.83%, 1.7% et 15.6% pour (a), (b), (c) et (d), respectivement

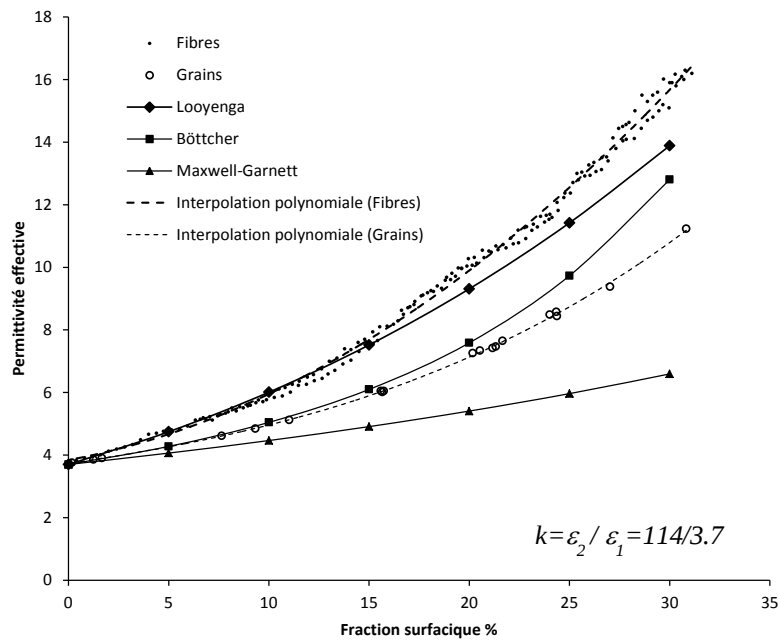


Figure IV. 9. Comparaison entre les résultats de simulation pour des matériaux composites à grains et à fibres et les lois analytiques de Maxwell-Garnett, Looyenga et Böttcher [120]

A la limite diluée et sur un intervalle d'étude de [0-30%] de la fraction surfacique, les valeurs de la permittivité effective obtenues pour un composite à fibres sont supérieures à celles obtenues pour un composite à grains. Toutefois, la polarisabilité en 2D des fibres est plus grande que celle des grains carrés ou de forme quasi-discoïdale. Les lois de mélange de Maxwell-Garnett, Looyenga et Böttcher ont différentes valeurs sur l'intervalle d'étude. Cependant, le modèle de Maxwell-Garnett est inapproprié à prévoir la permittivité effective des matériaux composites aléatoires et sa courbe présente des valeurs plus faibles que les valeurs de simulation. La formulation de ce modèle est basée sur l'hypothèse que les inclusions sont supposées sphériques, isolées, sans interactions et immergées dans une matrice homogène. Par contre, dans les milieux hétérogènes, les interactions multipolaires entre les inclusions contribuent à la polarisation du matériau composite. Nous constatons que le modèle de Looyenga est plus adapté à prévoir avec plus de précision la permittivité effective du composite à fibres dans la plage [0-15%] pour un contraste de permittivité $k=114/3.7=30.81$. Cet intervalle a tendance à s'élargir si k diminue. La courbe de la loi de Böttcher est en accord, sur le même intervalle [0-15%], avec les résultats de simulation du composite granulaire.

D'un point de vue général, l'ensemble des résultats numériques est d'une grande importance dans l'acceptation ou le rejet d'une telle ou telle loi de mélange. Avec l'introduction de l'outil numérique, le calcul de la permittivité effective devient plus précis que les modèles analytiques.

La méthodologie présentée dans cette partie peut être appliquée à la simulation des composites aléatoires à plusieurs phases. En cas d'un champ électrique externe fortement variable, en micro-onde par exemple, la taille typique des inclusions doit être très inférieure à la longueur d'onde afin de garder le concept de la permittivité effective valide.

IV.3.2. Simulation en micro-onde

Nous utiliserons la technique de caractérisation micro-onde en transmission / réflexion (T/R) traitée dans le chapitre 2 pour caractériser numériquement un composite test grains de Graphite/Téflon dans la bande [8.2-40] *GHz*. Les simulations 2D seront effectuées par le logiciel COMSOL MultiPhysics®. Le modèle graphique des simulations est présenté sur la figure IV.10. Le graphite a une permittivité relative et une conductivité électrique égales à $\epsilon_r=15$ et $\sigma=100$ *S/m*, respectivement. Le Téflon a une permittivité $\epsilon_r=2.1$ ($\sigma=0$ *S/m*). Les images granulaires créées par MATLAB dans le chapitre 3 sont incorporées dans le logiciel COMSOL. Les propriétés électromagnétiques du Graphite sont affectées aux inclusions de surface élémentaire 0.02286mm^2 et celles du Téflon à la matrice. Nous restons dans le cas des faibles concentrations des grains du Graphite (limite diluée) inférieures à 3.5% dans l'objectif de garder la validité des résultats des simulations 2D.

L'évolution de la permittivité effective complexe en fonction de la fréquence est présentée sur la figure IV.11 pour quatre concentrations du graphite prélevées parmi les cinquante que nous disposons : 0.52%, 1.38%, 2.66% et 3.4%. Le nombre de pas fréquentiels entre 8.2 *GHz* et 40 *GHz* est 31.

La partie réelle de la permittivité effective est quasi-stable en moyenne [2-2.1] sur toute la bande [8.2-40] *GHz*. Par contre, la partie imaginaire décroît en fonction de la fréquence. A titre d'exemple, $\epsilon_{r\text{ eff}}''=7.4$ à 8.2 *GHz* et décroît jusqu'à 1.4 à 40 *GHz* pour une concentration des grains du Graphite égale à 3.4%. Pour des concentrations plus faibles, la décroissance de $\epsilon_{r\text{ eff}}''$ a la même allure mais pour des valeurs inférieures.

Une faible partie réelle de la permittivité effective (proche à celle de l'air) et des pertes diélectriques caractérisées par des valeurs modérées [0.5-7.4] de la partie imaginaire rendent le composite : grains de Graphite/Téflon le matériau candidat pour absorber les ondes électromagnétiques en large bande fréquentielle.

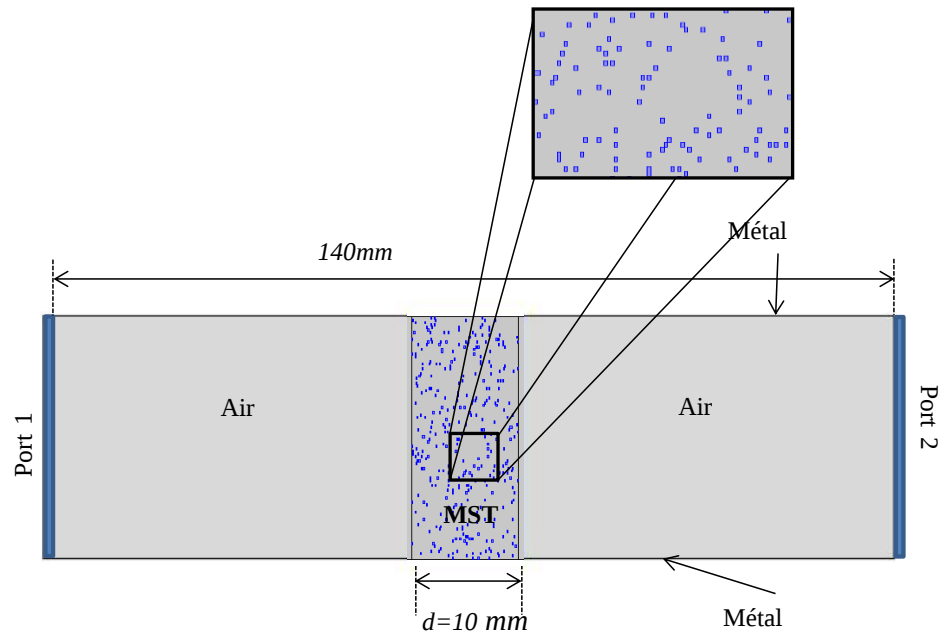


Figure IV. 10. *Modèle graphique du guide d'onde rectangulaire WR90 utilisé dans les simulations 2D de COMSOL*

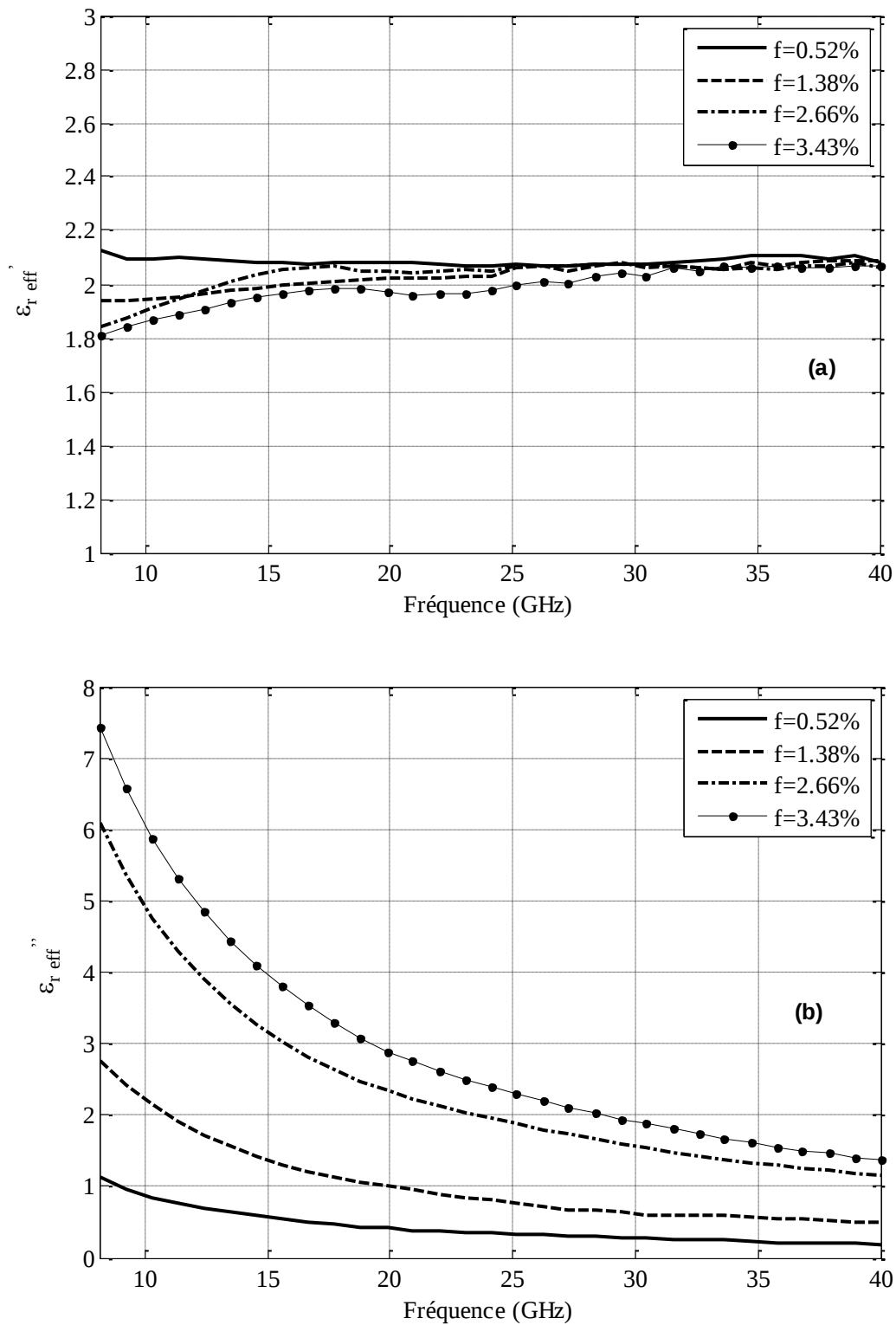


Figure IV. 11. Evolution de la permittivité effective complexe en fonction de la fréquence du composite : grains du Graphite/Téflon pour différentes fractions surfaciques f

IV.3.3. Application aux matériaux absorbants simple couche

Nous nous servons des techniques développées précédemment : caractérisation micro-onde et simulation numérique de composites granulaires pour développer un matériau absorbant des ondes électromagnétiques dans la bande [8.2-40] *GHz*. Les matériaux absorbants transforment l'énergie électromagnétique reçue sous une autre forme : chaleur. Ils sont des matériaux isolants qui ont des propriétés diélectriques ou magnétiques spécifiques. Leur principale utilisation est la furtivité. L'engin militaire recouvert par un matériau absorbant (RAM : Radar Absorbent Materials) réduit la surface équivalente radar. Donc, il sera moins détectable et permet d'autant mieux d'échapper à un radar adverse. Les applications des RAM s'étendent aussi dans le domaine civil : réduction des interférences électromagnétiques entre les composants et les circuits, auto-dissimulation et utilisation dans les chambres anéchoïques. Le nombre des études concernant les RAM ne cesse d'augmenter [21,25,26,27,28,33] optimisant à la fois épaisseur et bande d'absorption en fonction des propriétés électromagnétiques et des concentrations des phases constituantes du composite RAM.

Supposons une onde électromagnétique à incidence normale et une couche d'un matériau composite absorbant d'épaisseur d . Cette couche est attachée directement à un plan métallique comme le montre la figure IV.12. Afin de négliger les effets de bords, on assume que les dimensions de la couche du composite et du plan métallique sont largement grandes. A la lumière de ces hypothèses, nous pouvons appliquer la théorie des lignes de transmission pour calculer le module du coefficient de réflexion R à l'interface air/composite.

Sur la figure IV.13, est présenté le schéma électrique équivalent dont l'impédance d'entrée Z_{in} est explicitée par :

$$Z_{in} = Z \frac{Z_L + Z \tanh(\gamma d)}{Z + Z_L \tanh(\gamma d)} \quad (IV.6)$$

Avec :

$Z = Z_0 \sqrt{\mu_{r\text{eff}}^* / \epsilon_{r\text{eff}}^*}$: L'impédance intrinsèque effective du matériau composite.

$\epsilon_{r\text{eff}}^*$ et $\mu_{r\text{eff}}^*$: La permittivité et la perméabilité relatives effectives du matériau composite.

Z_0 : Impédance de l'espace libre ($Z_0 \approx 377\Omega$).

$\gamma = j\omega \sqrt{\mu_{r\text{eff}}^* \epsilon_{r\text{eff}}^*} / c$: La constante de propagation.

Z_L : L'impédance de la couche métallique ($Z_L \approx 0$).

d : L'épaisseur de la couche du matériau composite.

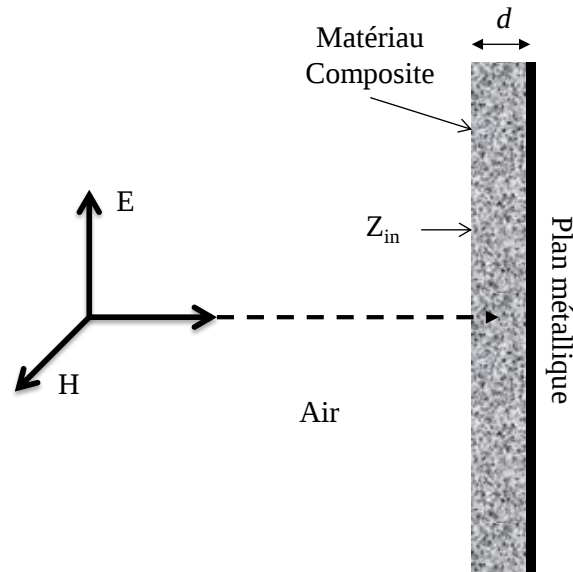


Figure IV. 12. Matériau composite d'épaisseur d utilisé pour absorber les ondes électromagnétiques en micro-onde. A l'adaptation Air/Composite, l'absorption est maximale

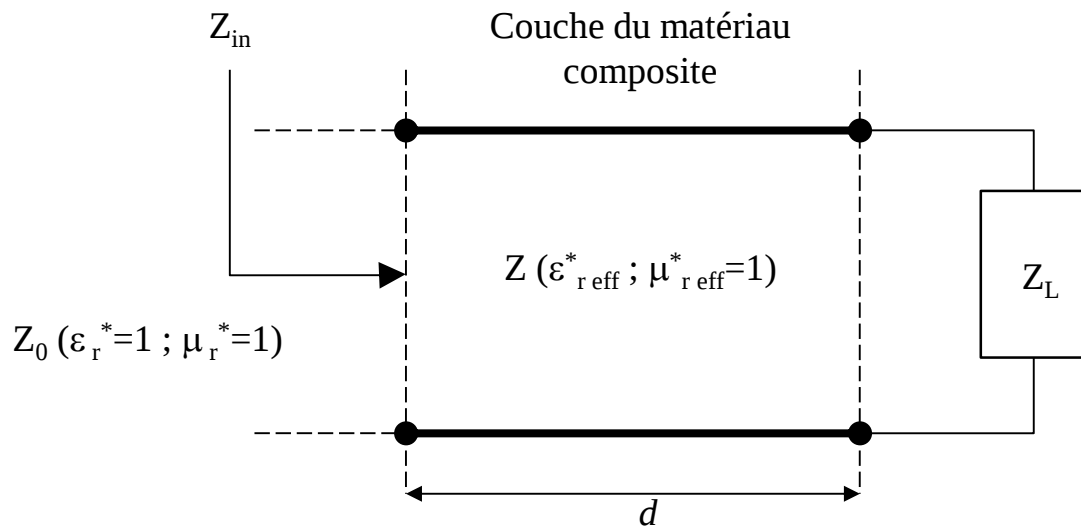


Figure IV. 13. Schéma électrique équivalent d'un matériau composite utilisé en absorption électromagnétique

L'impédance d'entrée Z_{in} devient pour un matériau non magnétique ($\mu_{reff}^* = 1 - j0$) :

$$Z_{in} = Z \tanh(\gamma d) = Z_0 \sqrt{\frac{1}{\epsilon_{reff}^*}} \tanh\left(j \frac{\omega d}{c} \sqrt{\epsilon_{reff}^*}\right) \quad (IV.7)$$

Le coefficient de réflexion R est exprimé par :

$$R = 20 \log_{10} \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (dB) \quad (IV.8)$$

R dépend de ϵ_{reff}' , ϵ_{reff}'' , ω et d . Donc des valeurs adéquates de ϵ_{reff}^* et d permettent une meilleure adaptation à l'interface air/composite et par conséquent une meilleure absorption dans la bande fréquentielle désirée.

Les graphes de la figure IV.14 sont les résultats de calcul du coefficient de réflexion R en dB du composite grains de Graphite / Téflon utilisé comme matériau absorbant monocouche suivant la figure IV.12. Les concentrations des grains du Graphite choisies sont 0.52%, 1.38%, 2.66% et 3.43%. Notons qu'on dispose 50 échantillons simulés pour des concentrations comprises entre 0% et 3.43%. Pour ces quatre concentrations, l'épaisseur optimale d du matériau composite est calculée pour obtenir une absorption maximale. Par exemple, sur la figure IV.14a, on a absorption des ondes de la bande X à -12 dB pour la fréquence centrale (≈ 10 GHz), ce qui correspond à un taux de réflexion inférieur à 10%, et ce, pour $d=6$ mm et $f=0.52\%$. Pour $f=1.38\%$ et $d=4.3$ mm (figure IV.14b), toute la bande Ku est absorbée pour $R \leq -10$ dB. A la fréquence centrale 13.7 GHz, le coefficient de réflexion atteint -31.2 dB. Sur la même figure, la bande fréquentielle de largeur 2.66 GHz centrée à 13.7 GHz est absorbée en moins de -20 dB, ce qui correspond à un taux de réflexion inférieur à 1%. Pour $f=2.66\%$ et $d=1.9$ mm (figure IV.14c), toute la bande [22.45-40] GHz est absorbée. La fréquence centrale 30.65 GHz est absorbée en -37.1 dB. De même pour la figure IV.14d, l'absorption de la bande [33.1-40] GHz est en moins de -20 dB pour $f=3.43\%$ et $d=1.6$ mm.

D'un point de vue général, l'association entre la technique de caractérisation en transmission / réflexion élaborée dans le chapitre 2 et les simulations numériques en micro-onde de matériaux composites est une feuille de route qui permet d'optimiser les caractéristiques et les performances des matériaux composites absorbants avant tout passage au laboratoire.

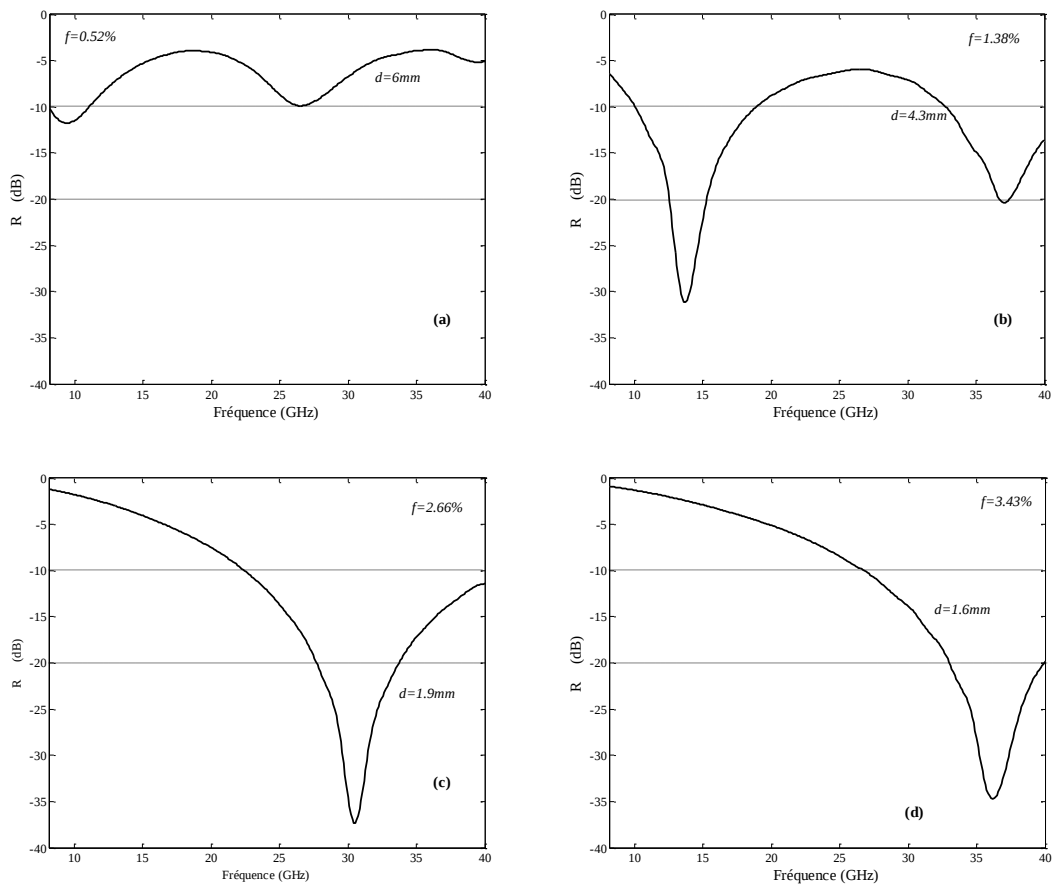


Figure IV. 14. Evolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence du composite : grains du Graphite / Téflon utilisé comme matériau absorbant en simple couche

IV.4. Conclusion

Grâce à une série de simulations par la méthode des éléments finis, nous avons étudié des matériaux composites diélectriques, périodiques et aléatoires, en quasi-statique et en micro-onde. De façon indépendante, nous avons analysé l'effet de la fraction volumique et surfacique, du contraste de permittivité, de la forme des inclusions et aussi l'effet de l'interphase sur le comportement de la permittivité effective.

Via un modèle quasi-statique, nous avons constaté que les lois de mélange sont incapables de prédire la permittivité effective en cas de matériaux denses et en cas de forts contrastes. Les simulations numériques tiennent en compte les interactions inclusions-inclusions et inclusions-matrice, facteurs absents dans les modèles analytiques. Nous avons également observé l'influence de la forme des inclusions qui contribue à la polarisation du matériau et par conséquent détermine sa permittivité effective.

Dans notre modélisation, nous avons explicité un modèle mathématique semi-empirique basé sur les résultats numériques. Ce modèle apporte une modification à la loi analytique de McLachlan dont le but est de reproduire les résultats numériques sans recourir aux simulations. Le modèle tient en compte le contraste de permittivité (entre 5 et 160) et la fraction volumique (entre 3% et 78%). Ces résultats sont significatifs, car ils peuvent contribuer à la compréhension des propriétés diélectriques des matériaux composites périodiques.

Nous avons appliqué la méthode de caractérisation micro-onde développée dans le chapitre 2 pour déterminer la permittivité effective complexe d'un composite test grains de Graphite/Téflon sur la bande [8.2-40] *GHz*. Aux faibles concentrations des grains du Graphite, la partie réelle de la permittivité effective est quasi-stable. Par contre, la partie imaginaire décroît en fonction de la fréquence. Les résultats obtenus ont servi pour concevoir un matériau composite absorbant des ondes électromagnétiques simple couche et en large bande fréquentielle. Les applications de ce matériau peuvent être très variées.

Conclusion Générale

L'emploi des modèles analytiques pour la prédiction des propriétés diélectriques des matériaux hétérogènes reste très limité surtout pour les cas simples, comme par exemple, les matériaux composites contenant des inclusions sphériques aux faibles concentrations dans la matrice. Le recours aux méthodes numériques permet de caractériser des matériaux composites plus denses comportant des inclusions de formes géométriques plus complexes, où les concentrations et les contrastes de permittivité sont importants. Les méthodes numériques tiennent en compte les interactions entre les inclusions dispersées aléatoirement dans la matrice, chose non comprise en considération par les lois empiriques des mélanges. De plus, la phase de la caractérisation expérimentale permet de connaître la valeur réelle de la permittivité effective du milieu hétérogène, et ce, dans le cas où la longueur d'onde est largement supérieure à la dimension des inclusions. C'est une étape incontournable dans le processus de conception de nouveaux matériaux composites.

Les travaux réalisés dans ce mémoire de thèse avaient pour objectifs : le développement de deux nouvelles techniques de caractérisation micro-onde des matériaux diélectriques en bandes X et Ku, et la prédiction de la permittivité effective, via des simulations numériques, des matériaux composites aléatoires et périodiques en quasi-statique et en micro-onde.

La première étude a concerné le développement mathématique d'une nouvelle méthode de caractérisation micro-onde en transmission /réflexion de matériaux diélectriques en guides d'onde rectangulaires. Cette technique de détermination de la permittivité relative complexe est itérative et très stable sur les bandes fréquentielles étudiées X [8.2-12.4] *GHz* et Ku [12.4-18] *GHz*. Elle a été validée numériquement par les logiciels HFSS et COMSOL MultiPhysics puis expérimentalement pour un ensemble de matériaux diélectriques d'utilités industrielles tel que le Celotex, le Peek, le Delrin, le Téflon, etc. La technique est robuste, elle s'adapte aux mesures des paramètres de répartition avec et sans calibrage de l'analyseur de réseau vectoriel.

Dans le même cadre de la caractérisation micro-onde, une deuxième étude a été élaborée pour caractériser des échantillons diélectriques à faible épaisseur et à épaisseur modérée, surmontant ainsi les problèmes qui surviennent lors de l'application des techniques similaires. Cette technique de dépouillement des mesures est itérative, basée sur la mesure du coefficient de réflexion d'un guide d'onde rectangulaire court-circuité. La méthode élimine les erreurs dues aux incertitudes de positionnement de l'échantillon à faible épaisseur puisqu'il est « plaqué » directement sur le plan du court-circuit. La méthode ne nécessite pas une

information préalable sur la valeur initiale de la permittivité complexe pour amorcer le processus de la résolution itérative, mais elle est calculée via des approximations d'ordres supérieurs. Cette technique s'avère très utile pour la caractérisation des matériaux homogènes ou composites à températures élevées.

Pour évaluer le comportement de la permittivité effective de matériaux hétérogènes, nous avons utilisé des méthodes numériques : la méthode des différences finies dans le domaine temporel FDTD et la méthode des éléments finis FE. Les résultats obtenus sur l'évolution de la permittivité effective sont en fonction des paramètres régissant les systèmes des matériaux composites, tel que la concentration et la forme des inclusions, le contraste de permittivité et la fréquence du champ électrique externe. L'outil numérique a permis de bien préciser quelles sont les limites des modèles analytiques en termes de composition des mélanges composites. Par interpolation des résultats obtenus, nous avons pu développer un modèle mathématique semi-empirique permettant de retrouver avec précision la permittivité effective de matériaux composites périodiques à inclusions cylindriques et surmonter le problème de la divergence entre les lois des mélanges en cas de fortes concentrations des inclusions et en cas de contrastes des permittivités élevés.

Une concaténation entre la technique de caractérisation en transmission / réflexion et la simulation micro-onde de composites granulaires nous a permis de prédire le comportement fréquentiel d'un matériau absorbant des ondes électromagnétiques (grains du Graphite / Téflon) sur une large bande [8.2-40] *GHz*. Les utilités peuvent être étendues dans les domaines militaire et civil.

A l'issue de ce travail plusieurs perspectives peuvent être envisagées:

- Développer davantage la technique de caractérisation micro-onde en transmission / réflexion pour déterminer les propriétés électromagnétiques des matériaux magnétiques.
- Développer des simulations 3D de matériaux composites granulaires en tenant compte de la forme réelle 3D des inclusions pour aboutir à une étude plus réaliste des matériaux composites.
- Réaliser et caractériser de nouveaux matériaux composites diélectriques, absorbants et performants à faibles épaisseurs en simple et en multicouche.
- Réaliser des applicateurs en guides d'onde rectangulaires court-circuités en bandes X et Ku pour caractériser les nano-composites en fonction de la température.

Références

- [1] **S.Orlowska**, “Conception et prédiction des caractéristiques des matériaux composites à deux et trois phases par la modélisation et la validation expérimentale”, Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lyon, Janvier 2003.
- [2] **S. Berthier**, “Optique des Milieux Composites”, Polytechnica, Paris, 1993.
- [3] **S. Ramo, J. R. Whnnery, et T. Van Duzer**, “Fields and waves in communication Electronics”, 3rd edition, John Wiley & Sons Inc., New York, 1994.
- [4] **J. C. Mage**, “Origine des pertes dans les matériaux”, RGE, N°7, pp.24, Juin 1991.
- [5] **R. Coelho et B. Aladenize**, “Les diélectriques : propriétés diélectriques des matériaux isolants”, Hermès, Paris, 1993.
- [6] **A. Chelkowski**, “Fizyka dielektrykow”, PWN, Warszawa, 1993.
- [7] **P. Debye**, “Polar Molecules”, Dover, New York, 1929.
- [8] http://en.wikipedia.org/wiki/Dielectric#Debye_relaxation (consulté le 03/02/2013)
- [9] **J. B. Hasted**, “Aqueous Dielectrics”, Chapman & Hall, London, U.K., 1973
- [10] **K. S. Cole et R. H. Cole**, “Dispersion and Absorption in Dielectrics - I Alternating Current Characteristics”, J. Chem. Phys, Vol. 9, pp. 341-352, 1941.
- [11] http://en.wikipedia.org/wiki/Cole-Cole_equation (consulté le 24/02/2013)
- [12] **D.W. Davidson et R.H. Cole**, “Dielectric Relaxation in Glycerol, Propylene Glycol, and n-Propanol”, J. Chem. Phys, Vol. 19, pp. 1484-1490, 1951.
- [13] **S. Havriliak et S. Negami**, “A complex plane analysis of α -dispersions in some polymer systems”, J. Polym. Sci, C Vol. 14, pp. 99-117, 1966.
- [14] http://en.wikipedia.org/wiki/Havriliak-Negami_relaxation (consulté le 24/02/2013)
- [15] **J. V. Keymevllen et W. D. Dekeyser**, “Dielectric loss of defects in clay minerals”, J. Chem. Phys, Vol. 27, pp. 172, 1957.
- [16] **J. Colmenera**, “Dynamics of the α -relaxation in glass-forming polymers. Study by neutron scattering and relaxation techniques”, Physica A, Vol. 201, Issue 1-3, pp. 38-51, 1993.
- [17] **K.L Ngai**, “Temperature dependence of the stretched exponent in structural relaxation of fragile glass-forming molecular liquids”, J. of Non-Cryst Solids, Vol. 131, pp. 80-83, 1991.
- [18] **L. F. Chen, C. K. Ong, C. P. Neo, V. V. Varadan et V. K. Varadan**. “Microwave Electronics - Measurement and Materials Characterization”, John Wiley I& Sons, July 2004.
- [19] **J. A. Kong**, “Electromagnetic Wave Theory”, John Wiley & Sons, New York., 2nd edition, 1990.
- [20] **N. Jebbor, S. Bri et A. Nakheli**, “Effective Permittivity of Two-Phase Composites: Numerical Modeling by the FDTD Method”, International Journal of Science and Advanced Technology, Vol. 1, n° 8, pp. 53-58, October 2011.
- [21] **Y. Xu, D. Zhang, J. Cai, L. Yuan et W. Zhang**, “Effects of multi-walled carbon nanotubes on the electromagnetic absorbing characteristics of composites filled with carbonyl iron particles”, J. Mater. Sci. Technol., Vol. 28, n° 1, pp. 34-40, 2012.
- [22] **N. Jebbor et S. Bri**, “Effective Permittivity of Periodic Composite Materials; Numerical Modeling by the Finite Element Method”, Journal of Electrostatics (Elsevier), Vol. 70, pp. 393-399, Août 2012.

- [23] **P. Clauzon, L. Krähen bühl et A. Nicolas**, “Effective permittivity of 3D lossy dielectric composite materials”, *IEEE Trans. Mag.*, Vol. 35, n°3 pp. 1223-1226, 1999.
- [24] http://fr.wikipedia.org/wiki/Matériau_composite (consulté le 24/02/2013)
- [25] **Y. Duan, G. Li, L. Liu et S. Liu**, “Electromagnetic properties of carbonyl iron and their microwave absorbing characterization as filler in silicone rubber”, *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 33, n° 5 pp. 633-636, 2010.
- [26] **D. Micheli, C. Apollo, R. Pastore et M. Marchetti**, “X-band microwave characterization of carbon-based nanocomposite material, absorption capability comparison and RAS design simulation”, *Composites Science and Technology*, Vol. 70, pp. 400-409, 2010.
- [27] **M. S. Pinho, M. L. Gregori, R. C. R. Nunes et B. G. Soares**, “Performance of radar absorbing materials by waveguide measurements for X- and Ku-band frequencies”, *European Polymer Journal*, Vol. 38, pp. 2321-2327, 2002.
- [28] **J. -B. Kim, S. -K. Lee et C. -G Kim**, “Comparison study on the effect of carbon nano materials for single-layer microwave absorbers in X-band”, *Composites Science and Technology*, Vol. 68, pp. 2909-2916, 2008.
- [29] **F. Wu et K. W. Whites**, “Quasi-static effective permittivity of periodic composites containing complex shaped dielectric particles”, *IEEE Trans. Antennas Propagat.*, Vol. 49, n°8, pp. 1174-1181, 2001.
- [30] **B. Sareni, L. L. Krähen bühl et A. Beroual**, “Effective dielectric constant of periodic composite materials”, *J. Appl. Phys.*, Vol. 810, n°3, pp. 1688-1696, 1996.
- [31] **B. Sareni, L. L. Krähen bühl, A. Beroual et A. Nicolas**, “A boundary integral equation method for the calculation of the effective permittivity of periodic composites”, *IEEE Trans. Mag.*, Vol. 33, n°2, pp. 1580-1583, 1997.
- [32] **V. Myroshnychenko et C Brosseau**, “Finite-element modeling method for the prediction of the complex effective permittivity of two-phase random statistically isotropic heterostructures”, *J. Appl. Phys.*, Vol. 97, pp. 044101, 2005.
- [33] **R. B. Yang, W. F. Liang, C. W. Lou et J. H. Lin**, “Electromagnetic and microwave absorption properties of magnetic stainless steel powder in 2-18 GHz”, *J. Appl. Phys.*, Vol. 111, pp. 07A338, 2012.
- [34] **S. El Bouazzaoui, M. E. Achour et C. Brosseau**, “Microwave effective permittivity of carbon black filled polymers: comparison of mixing law and effective medium equation predictions”, *J. Appl. Phys.*, Vol. 110, pp. 074105, 2011.
- [35] **V. Myroshnychenko et C. Brosseau**, “Finite-element method for calculation of the effective permittivity of random inhomogeneous media”, *Physical Review E*, Vol. 71, pp. 016701, 2005.
- [36] **J. C. Maxwell Garnett**, “Colours in metal glasses and metal films”, *Transactions of the Royal Society*, CCIII, pp. 385-420, 1904.
- [37] **L. Jylhä et A. Sihvola**, “Numerical modeling of disordered mixture using pseudorandom simulations”, *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, Vol. 43, n°1, pp. 59-64, 2005.
- [38] **D. A. G. Bruggeman**, “Berechnung verschiedener physikalischer Konstanten von heterogenen Substanzen, I. Dielektrizitätskonstanten und Leitfähigkeiten der Mischkörper aus isotropen Substanzen”, *Annalen der Physik*, Vol. 24, n°5, pp. 636–664, 1935.
- [39] **P. Calame, A. Birman, Y. Carmel, D. Gershon, B. Levush, A.A. Sorokin, V.E. Semenov, D. Dadon, L.P. Martin et M. Rosen**, “A dielectric mixing law for porous ceramics based on fractal boundaries”, *J. Appl. Phys.*, Vol. 80, n°7, pp. 3992-4000, 1996.
- [40] **B. Michel et A. Lakhtakia**, “On the application of the strong property fluctuation theory for homogenizing chiral-in-chiral composites”, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, Vol. 29, pp. 1431-1440, 1996.

- [41] **C. Pecharrromàn et J.E. Iglesias**, “Effective dielectric properties of packed mixtures of insulator particles”, *Physical Review B*, Vol. 49, n°11, pp. 7137-7147, 1994.
- [42] **K. Lichtenecker**, “Mischkörpertheori als Wahrscheinlichkeitsproblem”, *Phys. Zeitsch*, Vol. 30, pp. 805-809, 1929.
- [43] **C. Brosseau, A. Beroual**, “Computational electromagnetics and the rational design of new dielectric heterostructures”, *Prog.Mater. Sci.*, Vol.48, pp. 373-457, 2003.
- [44] **J. P. Calame** “Finite difference simulations of permittivity and electric field statistics in ceramic-polymer composites for capacitor applications”, *J. Appl. Phys.* Vol. 99, pp. 084101, 2006.
- [45] **O. Wiener**, “Zur theorie der refraktionskonstanten”, *Berichteüber Verhandlungen Königlich-Sächsischen Gesellschaft Wissenschaften Leipzig*, pp. 256–277, 1910.
- [46] **H. Looyenga**, “Dielectric constants of mixtures” *Physica*, Vol. 31, pp. 401–406, 1965.
- [47] **C. J. F. Böttcher**, “Theory of Electric Polarization”, Elsevier Science Publishing Co., Amsterdam, 1952.
- [48] **D.S. McLachlan**, “An equation for the conductivity of binary mixtures with anisotropic grain structures”, *J. Phys. C: Solid State Phys.*, Vol. 20, pp. 865-877, 1987.
- [49] **D.S. McLachlan**, “Measurement and analysis of a model dual-conductivity medium using a generalized effective-medium theory”, *J. Phys. C: Solid State Phys.*, Vol. 21, pp. 1521-1532, 1988.
- [50] **T. C. Choy**, “Effective medium theory, Principles and applications”, Oxford University Press, Oxford, 1999.
- [51] **D. J. Bergman et D. Stroud**, “Physical properties of macroscopically inhomogeneous media”, *Solid State Phys.*, Vol. 46, pp. 147-269, 1992.
- [52] **J. Wu et D. S. McLachlan**, “Percolation exponents and thresholds obtained from the nearly ideal continuum percolation system graphite-boron nitride”, *Phys. Rev. B*, Vol. 56, n°3, pp. 1236-1248, 1997.
- [53] **A. Mejdoubi**, “Etude par simulation numérique des propriétés diélectriques d’hétérostructures multiphasiques contenant des inclusions de forme arbitraire”, Thèse de doctorat, Université Bretagne occidentale, 2007.
- [54] **Y. Cheng et H. Yanga**, “Design, simulation, and measurement of metamaterial absorber”, *J. Appl. Phys.*, Vol. 108, pp. 034906, 2010.
- [55] **Y. Z. Cheng, Y. Wang, Y. Nie, R. Z. Gong, X. Xiong, et X. Wang**, “Design, fabrication and measurement of a broadband polarization-insensitive metamaterial absorber based on lumped elements”, *J. Appl. Phys.*, Vol. 111, pp. 044902, 2012.
- [56] **J.-H. Oh, K.-S. Oh, C.-G. Kim et C.-S. Hong**, “Design of radar absorbing structures using glass/epoxy composite containing carbon black in X-band frequency ranges”, *Composites: Part B*, Vol. 35, pp. 49-56, 2003.
- [57] **A. Mdarhri, M. Khissi, M. E. Achour et F. Carmona**, “Temperature effect on dielectric properties of carbon black filled epoxy polymer composites”, *Eur. Phys. J. App. Phys.*, Vol. 41, pp. 215-220, 2008.
- [58] **J.-B. Kim, T.-W. Kim et C.-G. Kim**, “Simulation method for complex permittivities of carbon black/epoxy composites at microwave frequency band”, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 100, pp. 2189-2195, 2006.
- [59] **C. Brosseau, F. Boulic, P. Queffelec, C. Bourbigot, Y. Le Mest, J. Loac et A. Beroual**, “Dielectric and microstructure properties of polymer carbon black composites”, *J. Appl. Phys.*, Vol. 81, n°2, pp. 882-891, 1997.

- [60] **K. Kärkkäinen, A. Sihvola et K. Nikoskinen**, “Analysis of a three-dimensional dielectric mixture with finite difference method”, IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing, Vol.39, n°5, pp. 1013-1018, 2001.
- [61] **B. Sareni, L. Krähenbühl, A. Beroual et C. Brosseau**, “Effective dielectric constant of random composite materials”, J. Appl. Phys., Vol. 81, n°5, pp. 2375-2383, 1997.
- [62] **E. Li, Z.P. Nie, G. Guo, Q. Zhang, Z. Li, et F. He**, “Broadband measurements of dielectric properties of low-loss materials at high temperatures using circular cavity method”, Progress In Electromagnetics Research PIER, Vol. 92, pp. 103, 2009.
- [63] **U.C. Hasar**, “A fast and accurate amplitude-only transmission-reflection method for complex permittivity determination of lossy materials”, IEEE MTT, Vol. 56, n°9, pp. 2129 - 2135, 2008.
- [64] **A.H. Boughrit, C. Legrand et A. Chapoton**, “Noniterative stable transmission/reflection method for low-loss material complex permittivity determination”, IEEE MTT, Vol. 45, n°1, pp. 52-57, 1997.
- [65] **M. Adous**, “Caractérisation électromagnétique des matériaux de génie civil dans la bande de fréquences 50MHz – 13 GHz”, Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2006.
- [66] **A. M. Nicolson et G. Ross**, “Measurement of the intrinsic properties of materials by time-domain techniques”, IEEE Trans. Instrum. Meas., Vol. IM-19, n°4, pp. 377-382, 1970.
- [67] **W. B. Weir**, “Automatic measurement of complex dielectric constant and permeability at microwave frequencies”, Proc. IEEE, Vol. 62, n°1, pp. 33-36, 1974.
- [68] **J. Baker-Jarvis, E. J. Vanzura, et W. A. Kissick**, “Improved technique for determining complex permittivity with the transmission/reflection method”, IEEE Trans. Microwave Theory Tech., Vol.38, n°8, pp. 1096-1103, 1990.
- [69] **M. D. Janezic et J. A. Jargon**, “Complex permittivity determination from propagation constant measurements”, IEEE Microwave and Guided Wave Letters, Vol. 9, n°2, pp. 76-78, 1999.
- [70] **T. W. Athey, M. A. Stuchly et S. S. Stuchly**, “Measurement of radio frequency permittivity of biological tissues with an open-ended coaxial line: part I”, IEEE Transaction on Microwave Theory and Techniques MTT, Vol. 30, pp. 82-92, 1982.
- [71] **L. Lewin**, “Advanced theory of waveguide”, London, Illiffe, 1951.
- [72] **D. Berube, F. M. Ghannouchi, et P. Savard**, “A comparative study of four open-ended coaxial probe models for permittivity measurements of lossy dielectric/biological materials at microwave frequencies”, IEEE Transaction on Microwave Theory and Techniques MTT, Vol. 44, n°10, pp. 1928-1934, 1996.
- [73] **M. A. Stuchly et S. S. Stuchly**, “Coaxial line reflection method for measuring dielectric properties of biological substances at radio and microwave frequencies – A review”, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol. 29, n°3, pp. 176-183, 1980.
- [74] **M. M. Brady, S. A. Symons et S. S. Stuchly**, “Dielectric behavior of selected animal tissues in vitro at frequencies from 2 to 4 GHz”, IEEE Transactions on Biomedical Engineering, Vol. 28, n°3, pp. 305–307, 1981.
- [75] **F. M. Ghannouchi et R.G. Bosisio**, “Measurement of microwave permittivity using six-port reflector with an open-ended coaxial line”, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Vol.38, n°2, pp. 505–508, 1989.
- [76] **S. S. Stuchly, C. L. Sibbald et J. M. Anderson**, “A new admittance model for open-ended waveguides”, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol.42, n°2, pp. 192–198, 1994.

- [77] **L. S. Anderson, G. B. Gajda et S. S. Stuchly**, “Dielectric measurements using a rational functional model”, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Technique*, Vol. 42, pp. 199-204, 1994.
- [78] **H. Ebara, T. Inoue et O. Hashimoto**, “Measurement method of complex permittivity and permeability for a powdered material using a waveguide in microwave band”, *Science and Technology of Advanced Materials (Elsevier)*, Vol. 7, pp. 77-83, February 2006.
- [79] **G. F. Engen et C. A. Hoer**, “Thru-Reflect-Line: an improved technique for calibrating the dual six port automatic network analyzer”, *IEEE Microw. Theory Tech.*, Vol. 27, n°2, pp. 987-993, 1979.
- [80] **C. P. L. Rubinger et L. C. Costa**, “Building a resonant cavity for the measurement of microwave dielectric permittivity of high loss materials”, *Microwave Opt. Tech. Lett.*, Vol. 49, pp. 1687-1690, 2007.
- [81] **Dennis M. Sullivan**, “Electromagnetic simulation using the FDTD method”, *IEEE Press Series on RF and Microwave Technology*, 2000.
- [82] **M. A. Megahed et S. M. El-Ghazaly**, “Analysis of Anisotropic Conductors on Anisotropic Substrates”, *IEEE trans. Microwave Theory Tech. Symp. Digest*, Orlando, Florida, 1995.
- [83] **R. J. Luebbers et F. Hunsberger**, “FDTD for Nth-order Dispersive Media”, *IEEE Trans. Antennas and Propagation*, Vol. AP-40, pp. 1297-1301, 1992.
- [84] **R. W. Ziolkowski et J. B. Judkins**, “Applications of the Nonlinear Finite Difference Time Domain Method to pulse Propagation in Nonlinear Media: Self- Focusing and Linear/Nonlinear Interfaces”, *Radio Science*, Vol. 28, pp. 901-911, 1993.
- [85] **G. Mur**, “Absorbing boundary conditions for the finite-difference approximation of the time domain electromagnetic field equations”, *IEEE Trans. Electromagn. Compat. ,* Vol. EMC-23, pp. 377-382, 1981.
- [86] **D. M. Sullivan**, “An unsplit step 3-D PML for use with the FDTD method”, *IEEE Microwave and Guided Wave Letters*, Vol.7 , n°7, pp. 184-186, 1997
- [87] **K. S. Yee**, “Numerical solution of initial boundary value problems involving Maxwell’s equations in isotropic media”, *IEEE Trans. Antennas Propagation.*, Vol. AP-14, pp. 302-307, 1966.
- [88] **R. Courant, K. Friedrichs et H. Lewy**, “Über die partiellen Differenzengleichungen der mathematischen Physik”, *Journal: Mathematische Annalen - MATH ANN*, Vol. 100, n° 1, pp. 32-74, 1928.
- [89] **A Taflove et S. C. Hagness**, “Computational Electrodynamics: The Finite- Difference Time Domain Method”, *Artech House Publishers, Boston*, 2nd ed., 2000.
- [90] **J. Berenger**, “a perfectly matched layer for the absorption of electromagnetic waves”, *J. Computational Phys.*, Vol. 114, pp. 185-200, 1994.
- [91] **N. Jebbor, S. Bri, A. M. Sánchez et M. Chaibi**, “Uncalibrated Microwave Measurements for Complex Permittivity Determination of Dielectric Materials at X-Band frequencies”, *International Journal of Microwaves Applications (WARSE)*, Vol. 1, n°1, pp. 28-31, December 2012.
- [92] **Joël Chaskalovic**, “Méthode des éléments finis pour les sciences de l'ingénieur”, *Tec et Doc – Lavoisier*, 2004.
- [93] **L. Zhou et L. E. Davis**, “Finite element method with edge elements for waveguides loaded with ferrite magnetized in arbitrary direction”, *IEEE Transactions on MTT.*, Vol. 44, n° 6, pp. 809-815, 1996.
- [94] **P. Silvester**, “Finite Element for Electrical Engineers”, *Cambridge University Press, Cambridge*, 1996.
- [95] **P. Hunter et A. Pullan**, “FEM/BEM Notes”, *The University of Auckland - Department of Engineering Science, New Zealand*, 2001.
- [96] http://fr.wikipedia.org/wiki/Méthode_des_éléments_finis (consulté le 24/03/2013)

- [97] **N. Jebbor et S. Bri**, “Finite-Element Modeling Method for the Prediction of the Effective Permittivity of Random Composite Materials”, *International Journal of Advanced Scientific and Technical Research*, Vol. 65, pp. 309-317, December 2012.
- [98] **B. –K. Chung**, “Dielectric constant measurement for thin material at microwave frequencies”, *Progress In Electromagnetics Research, PIER*, Vol. 75, pp. 239-252, 2007.
- [99] **K. Sarabandi et F. T. Ulaby**, “Technique for measuring the dielectric constant of thin materials”, *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Vol. 37, n°4, pp. 631-636, 1988.
- [100] **N. Jebbor, S. Bri, A. Nakheli, L. Bejjit, M. Haddad et A. Mamouni**, “Complex Permittivity Determination with the Transmission / Reflection Method”, *International Journal of Emerging Sciences*, Vol.1, n°4, pp. 682-695, December 2011.
- [101] **N. Jebbor, S. Bri, A. M. Sánchez et M. Chaïbi**, “A Fast Calibration-Independent Method for Complex Permittivity Determination at Microwave Frequencies”, *Measurement (Elsevier)*, Vol. 46, pp. 2206-2209, August 2013.
- [102] **U. C. Hasar**, “On the application of microwave calibration-independent measurements for noninvasive thickness evaluation of medium- or low-loss materials”, *Progress In Electromagnetics Research, PIER*, Vol. 91, pp. 377-392, 2009.
- [103] **W. H. Press**, “Numerical recipes, the art of scientific computing (FORTRAN version)”, Cambridge University Press, Cambridge, 1989.
- [104] **A. Angot**, “Compléments de mathématiques à l’usage des ingénieurs de l’électrotechnique et des télécommunications”, Masson et Cie, Paris, 1972.
- [105] **C. Wan, B. Nauwelaers, W. D. Raedt et M. V. Rossum**, “Two new measurement methods for explicit determination of complex permittivity”, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 46, n°11, pp. 1614-1619, 1998.
- [106] **K. J. Bois, L. F. Hanjojo, A. D. Benally, K. Mubarak et R. Zoughi**, “Dielectric plug-loaded two-port transmission line measurement technique for dielectric property characterization of granular and liquid materials”, *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Vol. 48, n°6, pp. 1141-1148, 1999.
- [107] **H. Ebara, T. Inoue, et O. Hashimoto**, “Measurement method of complex permittivity and permeability for a powdered material using a waveguide in microwave band”, *Science and Technology of Advanced Materials*, Vol. 7, pp. 77-83, 2006.
- [108] **U. C. Hasar, O. Simsek, M. K. Zateroglu, et A. E. Ekinci**, “A microwave method for unique and non-ambiguous permittivity determination of liquid materials from measured uncalibrated scattering parameters”, *Progress In Electromagnetics Research PIER*, Vol. 95, pp. 73-85, 2009.
- [109] **J. Baker-Jarvis**, “Transmission/reflection and short-circuit line permittivity measurements”, NIST Note 1341. U.S. Government Printing Office, Washington, D.C., July 1990.
- [110] **U. C. Hasar**, “An accurate complex permittivity method for thin dielectric materials”, *Progress In Electromagnetics Research PIER*, Vol. 91, pp. 123-138, 2009.
- [111] **U. C. Hasar et O. Simsek**, “Permittivity measurement of thin dielectric materials from reflection-only measurements using one-port vector network analyzers”, *Progress In Electromagnetics Research PIER*, Vol. 95, pp. 365-380, 2009.
- [112] **N. Jebbor et S. Bri**, “A Microwave Method for Complex Permittivity Extraction of Thin Materials”, *Journal of Microwaves, Optoelectronics and Electromagnetic Applications*, Vol. 11, n°. 2, pp. 283-293, December, 2012

- [113] **L. Jylhä et al.**, “Microstructure-based numerical modeling method for effective permittivity of ceramic/polymer composites”, *Journal of Applied. Physics*, Vol. 97, pp. 104104, 2005.
- [114] **A. Mejdoubi et al.**, “FDTD simulation of heterostructures with inclusion of arbitrarily complex geometry”, *Journal of Applied Physics*, Vol. 99, pp. 063502, 2006.
- [115] **O. Pekonen et al.**, “Numerical testing of dielectric mixing rules by FDTD method,” *Journal of Electromagnetic Waves and Applications*, Vol. 13, pp. 67–87, 1999.
- [116] **S. Pacchini**, “Etude des potentialités des nanotubes de carbone dans le domaine hyperfréquence : Application à l’élaboration de matériaux nano-composites et contribution à la miniaturisation de composants électromécaniques (NEMS)”, Thèse de doctorat, Toulouse III – Paul Sabatier University, Toulouse, France, Décembre 2008.
- [117] **C. Brousseau et A. Beroual**, “Effective permittivity of composites with stratified particles”, *J. Phys. D*, Vol. 34, pp.704-710, 2001.
- [118] **L. F. Chen, C. K. Ong, B. T. G. Tan et C R. Deng**, “Effective permittivity of layered dielectric sphere composites”, *J. Mat. and Sc.*, Vol. 33, pp. 5891-5894, 1998.
- [119] **X. Liu, Y. Wu, R. Li, et Z. Zhang**, “Effect of interphase on effective permittivity of composites”, *J. Phys.*, Vol. D 44, pp. 115402, 2011.
- [120] **N. Jebbor et S. Bri**, “2D Study of Inclusion Shape Effect on the Effective Permittivity of Random Inhomogeneous Media”, *Journal of Basic and Applied Scientific Research (TextRoad)*, Vol.3, n°3, pp. 400-404, March 2013.

Publications

- [1] **N. Jebbor, S. Bri and A. Nakheli**, “Effective Permittivity of Two-Phase Composites: Numerical Modeling by the FDTD Method”, *International Journal of Science and Advanced Technology*, Vol. 1, n° 8, pp. 53-58, October 2011.
- [2] **N. Jebbor, S. Bri, A. Nakheli, L. Bejjit, M. Haddad and A. Mamouni**, “Complex Permittivity Determination with the Transmission / Reflection Method”, *International Journal of Emerging Sciences*, Vol.1, n°4, pp. 682-695, December 2011.
- [3] **N. Jebbor and S. Bri**, “Effective Permittivity of Periodic Composite Materials; Numerical Modeling by the Finite Element Method”, *Journal of Electrostatics (Elsevier)*, Vol. 70, pp. 393-399, August 2012.
- [4] **N. Jebbor, S. Bri, A. M. Sánchez and M. Chaibi**, “Experimental Complex Permittivity Determination of Low-loss Dielectric Materials at Microwave Frequency Band”, *International Journal of Advanced Scientific and Technical Research*, Vol. 2, n°5, pp. 1-10, October 2012.
- [5] **N. Jebbor and S. Bri**, “Finite-Element Modeling Method for the Prediction of the Effective Permittivity of Random Composite Materials”, *International Journal of Advanced Scientific and Technical Research*, Issue 2, Vol. 6, pp. 309-317, December 2012.
- [6] **N. Jebbor and S. Bri**, “A Microwave Method for Complex Permittivity Extraction of Thin Materials”, *Journal of Microwaves, Optoelectronics and Electromagnetic Applications*, Vol. 11, n°2, pp. 283-293, December 2012.
- [7] **N. Jebbor and S. Bri**, “Microwave Characterization of Low-Loss Solid Dielectric Materials using Rectangular Waveguide”, *International Journal of Emerging Sciences*, Vol.2, n°4, pp. 526-532, December 2012.
- [8] **N. Jebbor, S. Bri, A. M. Sánchez and M. Chaibi**, “Uncalibrated Microwave Measurements for Complex Permittivity Determination of Dielectric Materials at X-Band frequencies”, *International Journal of Microwaves Applications (WARSE)*, Vol. 1, n°1, pp. 28-31, December 2012.

- [9] **N. Jebbor and S. Bri**, “2D Study of Inclusion Shape Effect on the Effective Permittivity of Random Inhomogeneous Media”, *Journal of Basic and Applied Scientific Research (TextRoad)*, Vol.3, n°3, pp. 400-404, March 2013.
- [10] **N. Jebbor, S. Bri, A. M. Sánchez and M. Chaibi**, “A Microwave Measurement Method for Complex Permittivity Determination of Dielectric Materials at Ku-Band”, *Physics and Technical Sciences (SciKnow)*, Vol. 1, n°1, pp. 1-4, March 2013.
- [11] **N. Jebbor, S. Bri, A. M. Sánchez and M. Chaibi**, “A Fast Calibration-Independent Method for Complex Permittivity Determination at Microwave Frequencies”, *Measurement (Elsevier)*, Vol. 46, pp. 2206-2209, August 2013.
- [12] **N. Jebbor, S. Bri, A. M. Sánchez and M. Chaibi**, “Calibration-Independent Measurements for Complex Permittivity Determination of Low-Loss Dielectric Materials at Microwave Frequencies”, *J. Mater. Environ. Sci*, Vol. 4, n°5, pp. 613-616, 2013.

Communications

- [1] **N. Jebbor, S. Bri, A. Nakheli, L. Bejjit et M. Haddad**, “Modélisation numérique des composites granulaires par la méthode FDTD-2D”, **12èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux**, 28-30 mars 2012, Chambéry, France.
- [2] **N. Jebbor, S. Bri et A. Mamouni**, “Caractérisation des matériaux diélectriques en Transmission / Réflexion : Utilisation des matériaux étalons”, **7ème Conférence Européenne sur les Méthodes Numériques en Electromagnétisme (NUMELEC)**, 3 - 5 Juillet 2012, Marseille, France.
- [3] **N. Jebbor, S. Bri, A. M. Sánchez et M. Chaibi**, “Caractérisation micro-onde des matériaux diélectriques sans calibrage en bande X”, **TELECOM’2013 & 8èmes JFMMA**, 13-15 Mars 2013, Marrakech, Maroc.