

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA 1
INSTITUT D'AERONAUTIQUE ET DES ETUDES SPATIALES
DEPARTEMENT DE NAVIGATION AERIENNE

Projet de Fin d'Etudes
Pour l'obtention du Diplôme de Master en
Communication Navigation Surveillance /Air Trafic Management
CNS/ATM

Thème :

Caractérisation de la propriété d'absorption micro -
ondes dans la bande X (8 - 12.5 GHZ) d'échantillons
nanocomposites à base de Fer.

Promotrice :

Dr. OTMANE Fadhéla

Réalisé par :

Mr. KAMAR Ali

Mr. HAMMOUM Toufik

Année universitaire 2019/2020

REMERCIEMENTS

Nous remercions tout d'abord Dieu de nous avoir donné le courage, la santé et la patience pour pouvoir accomplir ce travail.

*Nous sincères remerciements à notre encadreur **Mme. Otmane fadhéla**, qui a acceptée de nous diriger durant ce travail, qui par ses conseils et ses orientations nous a été d'un grand apport dans la finalisation de notre mémoire.*

Nous remercions vivement les membres de jury qui accepteront d'examiner ce travail.

Nous remercions tous nos enseignants qui ont contribué à notre formation.

Nous ne pourrions clôturer ces remerciements sans retourner vers les êtres les plus chers pour nous dont leur encouragement nous ont permis de continuer nos études et de réussir.

Merci à tous.

Dédicace

Avec un énorme plaisir, un cœur ouvert et une immense joie, que je dédie mon travail

A mon père,

« L'épaule solide, l'œil attentif compréhensif et la personne, la plus digne de mon estime et de mon respect.

Aucune dédicace ne saurait exprimer mes sentiments, que Dieu te préserve et te procure santé et longue vie. »

A ma Mère,

« Tu m'a donné la vie, la tendresse et le courage pour réussir.

En témoignage, je t'offre ce modeste travail pour te remercier pour tes sacrifices et pour l'affection dont tu m'as toujours entourée ».

A mon frère Rabeh et mes sœurs

A mon binôme : toufik

A tous mes meilleure amies de la promotion 2020

A mes amies « C. Omar, H. Karim, A. Ali, G. Hasni, R. Rabeh, A. fethi, K. Mohamed »

A ma famille et toutes les personnes que j'aime.

Ali



Dédicace

Je dédie ce travail :

A mes parents qui m'ont soutenu tout le long de mes études

A mes amis pour leur support continu

A mon binôme : Ali

A tous mes amis de la promotion CNS/ATM 2020

A ma famille et toutes les personnes que j'aime.

Toufik

Liste des figures :

Figure	Titre	Page
	Chapitre I : Etat de l'art	
1.1	Distribution des charges sur une enveloppe sphérique conductrice contenue sur un équipement dans un champ électrique	6
1.2	Une enveloppe magnétique sphérique avec une bonne perméabilité	7
1.3	Une fine enveloppe métallique de bonne conductivité réduira l'intensité d'un champ magnétique alternatif à cause des courants $I(j\omega)$ induits par le champ magnétique $H(j\omega)$	7
1.4	l'impédance d'onde en fonction de la distance	8
1.5	Représentation des mécanismes de blindage EM	9
1.6	Représentation de la composition des composites	12
1.7	classification des nanomatériaux	17
1.8	les approches 'top-down' et 'bottom-up' en nanotechnologie.	18
1.9	concept du broyage mécanique.	19
	Chapitre II : Mesure des propriétés électromagnétiques de milieux matériels	
2.1	Induction d'un dipôle sur un point matériel M .	23
2.2	Représentation d'un point matériel M entouré par 3 dipôles ponctuels.	24
2.3	Application d'un champ externe sur un point matériel M entouré de 3 dipôles.	24
2.4	Représentation des distances inter-particules dans le cas de trois milieux Matériels à différentes densités.	24
2.5	Mécanisme de la polarisation électronique	25
2.6	Mécanisme de la polarisation ionique	26
2.7	Mécanisme de la polarisation dipolaire.	26
2.8	Mécanisme de la polarisation interfaciale.	27
2.9	Contribution des différents mécanismes de la polarisation dans la valeur de la permittivité complexe en fonction de la fréquence d'excitation.	27
2.10	Types de magnétisation	29

Liste des figures

Figure	Titre	Page
2.11	Schéma du système de mesure en capacité parallèle et le modèle équivalent à la cellule de mesure.	33
2.12. a	Schéma d'un banc d'essai.	35
2.12. b	Un échantillon diélectrique dans une ligne de transmission et les distributions de champ électrique incident (inc) et réfléchis (refl) dans les régions I, II et III. Port 1 et port 2 indiquent les positions du plan de calibration	35
2.13	Schéma de mesure en câble coaxiale.	36
2.14	Sonde coaxiale et de son circuit électrique équivalent.	37
2.15	Schéma de mesure en cavité.	38
2.16	Schéma de mesure en espace libre.	39
2.17	Analyseur de réseau scalaire.	45
2.18	Analyseur de réseau vectoriel.	45
2.19	Schéma représentatif des paramètres S et des ondes d'un quadripôle.	46
Chapitre III : Expérimentation et Résultats		
3.1	Etapes pour la détermination des propriétés électromagnétiques.	48
3.2	Les Paramètres de la matrice S à vide	50
3.3	Les Paramètres de la matrice S de 1 ^{er} échantillon fe1h.	51
3.4	Les Paramètres de la matrice S de 2 ^{em} échantillon fe12h.	52
3.5	Les Paramètres de la matrice S de 3 ^{em} échantillon fe36h	53
3.6	Les permittivités diélectriques réelles à vide et des échantillons.	54
3.7	Les permittivités diélectriques imaginaires à vide et des échantillons.	55
3.8	Les perméabilités magnétiques réelles à vide et des échantillons.	56
3.9	Les perméabilités magnétiques imaginaires à vide et des échantillons.	57
3.10	Tangente des Perte électrique à vide et des échantillons.	58
3.11	Tangente des Perte magnétique à vide et des échantillons.	58
3.12	Les pertes de réflexion des échantillons.	59

Liste des tableaux

Liste des tableaux :

tableaux	Titre	Page
	Chapitre I : Etat de l'art	
1-1	Taille des particules nécessaires pour produire un changement de propriétés dans les systèmes nanocomposites.	15
1-2	Les différents types de nanocomposite.	16
	Chapitre II : Mesure des propriétés électromagnétiques de milieux matériels	
2-1	Perméabilité magnétique relative de matériaux ferromagnétiques à 20 °C.	30
2-2	Une comparaison générale des techniques de mesures abordées dans ce chapitre.	40
2-3	Méthode de conversion	41

Liste des symboles

Liste des symboles :

ϵ_r : permittivité diélectrique relative.

ϵ' : partie réelle de permittivité diélectrique.

ϵ'' : partie imaginaire de permittivité diélectrique.

μ_r : perméabilité magnétique.

μ' : partie réelle de perméabilité magnétique.

μ'' : partie imaginaire de perméabilité magnétique.

λ : Longueur d'onde.

f : Fréquence.

f_c : la fréquence de coupure.

γ : gamma.

ω : pulsation.

k : le nombre d'onde.

\vec{E}_{ext} : le champ électrique uniforme.

\vec{E}_{Loc} : Le champ local.

E_{ext} : le champ externe.

\vec{P} : la polarisation uniforme.

\vec{E} : le champ électrique

\vec{m}_i : dipôle

N : le nombre de particules par unité de volume.

α : la polarisabilité dans le matériau.

χ : susceptibilité diélectrique.

\vec{B} : le champ magnétique.

\vec{H} : le champ d'excitation magnétique.

σ : la conductivité électrique.

D : coefficient de diffusion de l'espèce chargée considérée.

Z : nombre de charges portées par l'espèce.

e : la charge élémentaire, soit $1,602 \times 10^{-19}C$.

C_m : la concentration molaire de l'espèce, en ions/m³.

k_B : la constante de Boltzmann, soit environ $1,380 6 \times 10^{-23}JK^{-1}$.

T : la température absolue, exprimée en kelvins

δ : l'épaisseur de peau.

Liste des symboles

C_p : la capacité.

S : la section transversale entre les deux armatures parallèles du condensateur.

D : la distance entre les deux armatures parallèles du condensateur.

C_0 : la capacité à vide.

f_{mn} : la fréquence en fonction de la largeur et de la hauteur de la section du guide d'onde rectangulaire.

m et n sont des entiers relatifs.

a : la largeur.

b : la hauteur.

v : la vitesse de l'onde dans le milieu diélectrique

$^{\circ}\text{C}$: degré Celsius.

Z_s : l'impédance caractéristique.

Z_0 : l'impédance caractéristique de l'air.

Z_L : l'impédance de charge.

γl : la constante de propagation.

c : vitesse de la lumière.

m, n : numéro de mode.

$\tan\delta$: tangentes des pertes.

R : coefficient de réflexion.

T : coefficient de transmission.

A : coefficient d'absorption

η_m : susceptibilités magnétiques

C_x et C_v : les capacités.

Δf : la largeur de bande.

f_0 : la fréquence de résonance.

S_{ij} : les paramètres de dispersion.

S_{11} : coefficient de réflexion au port 1.

S_{22} : coefficient de réflexion au port 2.

S_{12} : coefficient de transmission de port 2 au port 1.

S_{21} : coefficient de transmission de port 1 au port 2.

d : la dimension de l'échantillon.

S : la matrice de dispersion.

K : pour simplifier coefficient de réflexion

R_L : les pertes de réflexion

Liste des abréviations

Liste des abréviations :

- AFM** : microscopie à force atomique
- ANA** : Automatic Network Analyzer.
- CMC** : composite à matrice céramique
- CMM** : composite à matrice métallique
- CMO** : composite à matrice organique
- DSC** : calorimétrie différentielle à balayage
- EB** : efficacité de blindage
- EMC**: compatibilité électromagnétique
- EMI** : interférence électromagnétique
- FTIR** : spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
- MUT**: material under test
- NIST** : National Institute of Standards and Technology
- NRW** : Nicholson-Ross-Weir.
- RF** : Radio fréquence
- RFI** : interférences de radiofréquences
- RLC** : résistance, inductance, capacité
- RMN** : résonance magnétique nucléaire
- SCL**: Short circuit line
- SEM** : microscopie électronique à balayage
- SNA** : scalar Network Analyzer.
- STM** : microscopie à effet tunnel à balayage
- S-paramètres** : les paramètres de dispersions.
- TDR** : réflectomètres à domaine temporel
- TEM** : microscopie électronique à transmission
- TR** : transmission/réflexion
- VNA** : vectoriel Network Analyzer.
- XPS** : spectroscopie photo électronique à rayons X

ملخص

هذا العمل مخصص لدراسة الخصائص الكهرومغناطيسية لثلاث عينات نانو مركبة الحديد محصل عليها على فترات مختلفة، بهدف معاينة سلوك العينات المعرضة لحقل كهرومغناطيسي ضمن مسار موجي موجه لمجال الترددات ا كس، من خلال محلل الشبكة تحصلنا على قياسات معامل الانعكاس ومعامل الانتقال. وبالاعتماد على خوارزمية نيكلسون-روس-وير باستعمال برنامج ماتالب، حددنا الخصائص الكهرومغناطيسية في صيغة السماحية الكهربائية والنفذية المغناطيسية النسبية. أخيرا قمنا بتطبيق طريقة التنعيم لحذف وحل مشكل التباعد للتخلص من مشكلة الاختلاف في خوارزمية نيكلسون-روس-وير وحلها للحصول على أطيف قابلة للتفسير.

Abstract

This work is devoted to the study of the electromagnetic properties of three samples of iron nanocomposites obtained at different intervals, in order to examine the behavior of samples exposed to an electromagnetic field in X-band waveguide. Using the network analyzer, we obtained measurements of the reflection coefficient and the transmission coefficient. Based on the Nicholson-Ross-Weir algorithm using the Matlab program, we determined the electromagnetic properties in the formula of electrical permittivity and relative magnetic permeability. Finally, we apply the smoothing method to eliminate and solve the divergence problem of the NRW algorithm to obtain interpretable spectra.

Résumé

Ce travail est consacré à l'étude des propriétés électromagnétiques de trois échantillons de nano composites de fer obtenus à différents intervalles, dans le but d'examiner le comportement d'échantillons exposés à un champ électromagnétique dans un guide d'onde rectangulaire à bande de fréquence X. Grâce à l'analyseur de réseau, nous avons obtenu des mesures du coefficient de réflexion et du coefficient de transmission. En fonction de l'algorithme de Nicholson-Ross-Weir utilisant le programme Matlab, nous avons déterminé les propriétés électromagnétiques dans la formule de permittivité électrique et de perméabilité magnétique relative. Enfin, nous appliquons la méthode de lissage pour éliminer et résoudre le problème de divergence de l'algorithme NRW pour l'obtention de spectres interprétables.

SOMMAIRE

Remerciement.

Dédicaces.

Liste des figures.

Liste des tableaux.

Liste des symboles.

Liste Les abréviations.

Résumé.

Introduction générale..... 1

Chapitre I : Etat de l'art

Introduction3

I.1. Définitions3

I.1.1. Compatibilité électromagnétique (EMC)3

I.1.2. Émission4

I.1.3. Susceptibilité4

I.1.4. Immunité4

I.1.5. Interférence électromagnétique (EMI).....4

I.1.5.1. Classifications des interférences électromagnétiques4

I.2. Blindage électromagnétique6

I.3. Effets de blindage sur le champ électrique et sur le champ magnétique6

I.3.1. Sur le champ électrique (E)6

I.3.2. Sur le champ magnétique(B)7

I.4. L'efficacité du blindage8

I.5. Mécanismes de blindage9

I.5.1. Mécanisme de Réflexion9

I.5.2. Mécanisme d'absorption10

I.5.3. Mécanisme de réflexions multiple10

I.6. Mécanismes de blindage pour les matériaux à pertes.....11

I.7. Rôle des nano- composites polymères12

I.7.1. Définition des matériaux composites12

I.7.1.1. La matrice13

I.7.1.2. Le renfort13

I.7.1.3. Les familles des matériaux Composites13

I.7.2. Les nanocomposites15

I.7.2.1. Définitions15

I.7.2.2. Classifications des nanocomposites16

I.7.2.3. Structure et propriétés16

I.7.3. Les nanomatériaux16

I.7.3.1. Définition16

I.7.3.2. Sources17

I.7.3.3. Classification17

SOMMAIRE

I.7.3.4. Synthèse	17
I.7.3.5. Propriétés électromagnétiques	18
I.7.3.5.1. Propriétés électriques	18
I.7.3.5.2. Propriétés magnétiques	18
I.7.3.6. Broyage mécanique	18
Chapitre II : Mesure des propriétés électromagnétiques de milieux matériels	
Introduction	21
II.1. Propriétés électromagnétiques de milieux matériels	21
II.1.1. Permittivité diélectrique	22
II.1.1.1. Permittivité d'un matériau	22
II.1.1.2. Permittivité complexe	22
II.1.1.3. Mesure de permittivité d'un matériau	23
II.1.2. La polarisation diélectrique	23
II.1.2.1. Le champ électrique local	23
II.1.2.2. Les mécanismes de la polarisation diélectrique	25
II.1.2.3. La relation entre la permittivité et la susceptibilité diélectrique	28
II.1.2.4. La relation entre la permittivité et la polarisabilité	28
II.1.3. Perméabilité magnétique	28
II.1.3.1. Type de magnétisme	29
II.1.4. Conductivité micro- ondes	30
II.1.5. Effet de peau micro- ondes	30
II.1.5.1. Épaisseur de peau	31
II.2. Techniques de caractérisation électromagnétique des matériaux	31
II.2.1. Méthode en capacité parallèle	32
II.2.2. Méthodes guidées	34
II.2.2.1. Guide d'onde rectangulaire	34
II.2.2.2. Câble coaxial	35
II.2.3. Méthode de mesure en sonde coaxiale	36
II.2.4. Méthode en cavité résonante	37
II.2.5. Méthode en espace libre	39
II.2.6 Etude comparative des différentes méthodes	40
II.3. Méthodes de conversion	41
II.3.1. Méthode Nicholson-Ross-Weir (NRW).....	42
II.3.2. Méthode NIST.....	42
II.3.3. Nouvelle méthode non itérative.....	43
II.3.4. Méthode de ligne de court-circuit (SCL).....	44
II.4. Analyseur de réseaux	44
II.4.1 paramètres S	45
Chapitre III : Expérimentation et Résultats	
Introduction	48
III.1. Procédure de mesure	48
III.1.1 Application du Méthode Nicholson-Ross-Weir (NRW)	48
III.2. Les Paramètres de la matrice S.....	50

SOMMAIRE

III.2.1. Les Paramètres de la matrice S à vide	50
III.2.2. Les Paramètres de la matrice S avec des échantillons	51
III.2.2.1. Echantillon 1 : poudre de fer 1h de broyage	51
III.2.2.2. Echantillon 2 : poudre de fer 12h de broyage	52
III.2.2.3. Echantillon 3 : poudre de fer 36h de broyage	53
III.3. La permittivité diélectrique	54
III.3.1. Permittivité diélectrique réelle.....	54
III.3.2. Permittivité diélectrique imaginaire.....	55
III.4. Perméabilité magnétique	56
III.4.1. Perméabilité magnétique réelle.....	56
III.4.2. Perméabilité magnétique imaginaire.....	57
III.5. Tangente des Perte	58
III.5.1 Tangente des Perte électrique	58
III.5.2. Tangente des Perte magnétique	58
III.6. Les pertes de réflexion	59
Conclusion.....	60
Conclusion générale	62
Bibliographies	64
Annexes	70

Introduction générale

Les Nanocomposites ont connu un intérêt croissant en vue de leur multitude d'utilité dans divers domaines différents, ils sont des matériaux de haute performance qui présentent des combinaisons de propriétés inhabituelles et des possibilités de conception uniques, leur usage dans les domaine électronique et électromagnétique est particulièrement intéressant, les Nanocomposites à base de résine polymère sont des matériaux légers et flexibles qui offrent une alternative efficace pour protégés les systèmes électroniques des interférences électromagnétiques .

Pour déterminer les propriétés électromagnétiques d'un matériau, plusieurs techniques de caractérisation sont utilisées, le choix de la méthode dépend de plusieurs facteurs comme la bande de fréquence utilisé, la précision requise, les paramètres physiques du spécimen étudié (solide, liquide), la taille, la forme et la nature de l'échantillon étudié.

Notre travail consiste a utilisé la technique du guide d'onde rectangulaire pour déterminer les paramètres de permittivité électrique (ϵ) et de perméabilité magnétique (μ) des matériaux a base de résine renforcée par la poudre de fer nanostructurées pour différentes taille de grains nanométriques ; Pour cela cette étude est devisée en trois chapitres :

- Chapitre I:

Contient des notions sur le blindage électromagnétique et ses mécanismes ainsi que des généralités sur les composites, les nanocomposites et nanomatériaux.

- Chapitre II :

Est consacré pour définir les propriétés électromagnétiques des matériaux et les mesures et techniques utilisé pour les déterminer.

- Chapitre III :

L'étude expérimentale qui consiste a caractérisé des échantillon nanocomposites sur la bande de fréquences X (8 à 12 GHz) par la méthode du guide d'onde rectangulaire en utilisant l'algorithme de NRW.

Chapitre I : Etat de l'art

Introduction :

Les interférences électromagnétiques (EMI) peuvent entraîner une dégradation, voire un dysfonctionnement, des performances des équipements avioniques. Les EMI peuvent affecter les radios du cockpit et les signaux radar, interférant avec la communication entre le pilote et la tour de contrôle. Les dispositifs aériens qui peuvent causer des interférences comprennent les ordinateurs portables, les téléphones portables et autres gadgets électroniques, ont été suspectés de provoquer des événements tels que les déconnexions du pilote automatique, les indications erratiques du poste de pilotage et les avions qui changent de cap. Les effets électromagnétiques de la foudre, les éruptions solaires, les décharges électrostatiques et les champs rayonnés à haute intensité des radars et de divers types d'émetteurs ou d'équipements de communication - ont tous provoqué de nombreux incidents aériens au fil des années. En conséquence, les effets des EMI sont maintenant pris en compte dans tous les aspects de la conception et de la certification de l'avionique.

I.1.Définitions :**I.1.1. Compatibilité électromagnétique (EMC) :**

La compatibilité électromagnétique EMC est un domaine de la science et de l'ingénierie qui concerne la conception et le fonctionnement des systèmes/dispositifs électriques et électroniques dans une manière qui les immunise contre certaines quantités d'interférences électromagnétiques (EMI), tout en maintenant leurs émissions EMI dans des limites spécifiques, elle est définie comme la capacité des systèmes ou des équipements à opérer dans l'environnement prévu, aux niveaux d'efficacité prévus, sans dégradation due aux interactions électromagnétiques.^[1]

Une bonne compréhension de l'E.M.C. impose qu'aucun équipement ne doit être une source ou une victime de perturbations électromagnétiques. Cette cohabitation implique certaines précautions pour contrôler à la fois les émissions électromagnétiques des équipements et leur sensibilité aux menaces ambiantes. Comme il n'est pas réaliste, techniquement ou économiquement, de construire des équipements qui n'émettent rien et résistent à tout, des règles ont été fixées, sous la forme des limites standard qui permettent de gérer la cohabitation de nombreuses personnes dans certains des catégories d'environnements.

Ces limites régissent :

- les émissions de signaux indésirables par conduction et rayonnement.
- l'immunité à des perturbations reçues par conduction et rayonnement.

I.1.2. Émission :

C'est la production d'énergie électromagnétique, qu'elle soit délibérée ou accidentelle, par une source quelconque et sa libération dans l'environnement. La CEM étudie les émissions non désirées et les contre-mesures qui peuvent être prises afin de réduire les émissions non désirées. [2]

I.1.3. Susceptibilité :

La susceptibilité est la tendance d'un équipement électrique, appelé victime, à mal fonctionner ou à tomber en panne en présence d'émissions non désirées, connues sous le nom d'interférences de radiofréquences (RFI). [3]

I.1.4. Immunité :

L'immunité est l'opposé de la susceptibilité, c'est-à-dire la capacité d'un équipement à fonctionner correctement en présence de RFI, la discipline du "durcissement" de l'équipement étant également connue sous le nom de susceptibilité ou d'immunité. [4]

I.1.5. Interférence électromagnétique (EMI) :

L'interférence électromagnétique (EMI) est le processus par lequel une énergie électromagnétique **perturbatrice** est transmise d'un appareil électronique à un autre par moyen de rayonnement ou conduction ou les deux en même temps [2] , Les interférences électromagnétiques proviennent soit d'une source naturelle (foudre, éruptions solaires, décharges électrostatiques. etc.), soit, dans la plus part du temps, d'un dispositif artificiel (circuit électrique, dispositif électronique, Emetteurs hertziens, etc.), Les problèmes liés aux EMI peuvent être causés par l'énergie électromagnétique à n'importe quelle fréquence du spectre EM mais la plupart sont dans la gamme des radiofréquences, qui s'étend de 100kHz à 1GHz. [5]

I.1.5.1. Classifications des interférences électromagnétiques :

➤ **Par type d'émission :**

- Rayonnement : L'émission d'IEM rayonnée part d'une source émettrice, se propage via un trajet de rayonnement et atteint un récepteur sensible. L'intensité de l'EMI rayonné est déterminée par la source, le milieu qui l'entoure et la distance entre la source et la victime
- Conduction : l'émission par conduction est généralement définie comme une énergie électromagnétique indésirable couplée à partir d'un émetteur ou d'un récepteur via l'une de ses connexions respectives des fils ou des câbles.

➤ **Par fréquence :**

Pour : $f < \sim 9$ kHz :

- Il s'agit principalement de perturbations de mode différentiel (harmoniques de courant des alimentations, fluctuations de tension dues à des variations de charge...)
- Les champs magnétiques et électriques des équipements de puissance sont aussi à considérer dans certains cas (*sources* : transformateur, ligne haute tension, moteur... ; *victimes* : capteurs à effet hall, tubes cathodiques...).

Pour : ~ 9 kHz $< f < \sim 300$ MHz :

- Perturbations véhiculées essentiellement en mode commun, mais peut avoir une source de mode différentiel.
- Le rayonnement dans cette bande de fréquence est bien souvent véhiculé par les câbles qui font antenne (plus ou moins efficace selon la longueur et la disposition).
- On retrouve en général des bruits larges bandes provenant des commutations rapides des convertisseurs d'énergie.

Pour : $f > \sim 300$ MHz :

- Perturbations de mode commun.
- Plus on monte en fréquence, plus la perturbation sera visible uniquement selon un angle précis.
- Ces perturbations sont essentiellement dues aux horloges internes des équipements, aux harmoniques de ces horloges ou de l'émetteur radio.^[7]

Un des principaux moyens de lutte contre les EMI consiste à assurer le blindage de divers équipements électroniques ; Le blindage d'un dispositif ou d'un système permet non seulement de réduire les émissions de perturbations électromagnétiques, mais aussi d'améliorer les performances en matière de susceptibilité ; Avec les progrès de la technologie sans fil et l'augmentation de la sensibilité des signaux des appareils, le blindage devient encore plus important pour maintenir la fonctionnalité et la sécurité des équipements.

I.2. Blindage électromagnétique :

Le blindage électromagnétique consiste à envelopper, partiellement ou complètement, un circuit électronique qui émet ou est susceptible aux interférences électromagnétiques avec un matériau conducteur. Il limite la quantité de rayonnement électromagnétique provenant de l'environnement extérieur qui peut pénétrer le circuit et, inversement, influence la quantité d'énergie EMI générée par le circuit qui peut s'échapper dans l'environnement extérieur. Le blindage est le seul moyen de supprimer les EMI ou de durcir la sensibilité qui ne ralentit pas les systèmes qui opèrent à grande vitesse et n'affecte pas leurs performances. ^[8]

I.3. Effets de blindage sur le champ électrique et sur le champ magnétique :

I.3.1. Sur le champ électrique (E) :

L'effet de blindage est assuré par une barrière conductrice qui réfléchit ou transmet les EMI vers la masse. Michael Faraday a introduit pour la première fois le concept selon lequel un boîtier conducteur fermé a un champ électrique nul. Ce principe est connu sous le nom de cage de Faraday, qui constitue la base de la technologie de blindage actuelle. Si un équipement sensible est enfermé dans une fine enveloppe sphérique conductrice qui est placée dans un champ E, il sera blindé car le courant créé par l'onde électromagnétique n'est pas conduit à l'intérieur de l'enveloppe. Ce n'est pas parce que celui-ci a complètement absorbé le champ, mais parce que le champ E a provoqué des charges électroniques de polarité différente le long de l'enveloppe. Ces charges vont, à leur tour, générer un champ électrique qui aura tendance à annuler le champ original à l'intérieur de l'enveloppe ^[9]

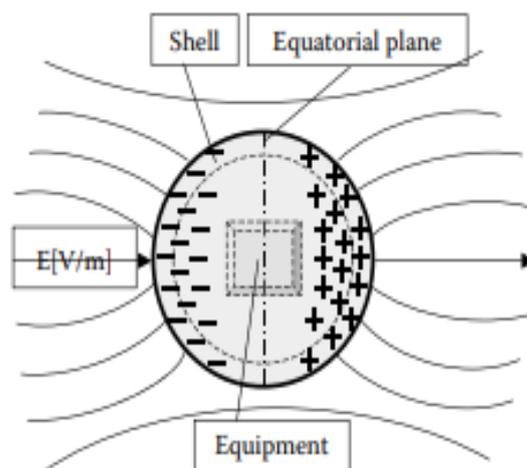


Figure 1-1: Distribution des charges sur une enveloppe sphérique conductrice contenue sur un équipement dans un champ électrique

I.3.2. Sur le champ magnétique(B) :

Concernant les champs B, l'effet de Faraday disparaîtra. Cependant, le blindage peut être réalisé au moyen de matériau magnétique avec une perméabilité élevée, $\mu \gg 1$, et une épaisseur suffisante pour atténuer le champ magnétique, l'enveloppe en matériau magnétique de bonne perméabilité réduit l'intensité du champ B à l'intérieur car il a tendance à rester dans la couche magnétique du matériau car il offre un chemin de faible réluctance

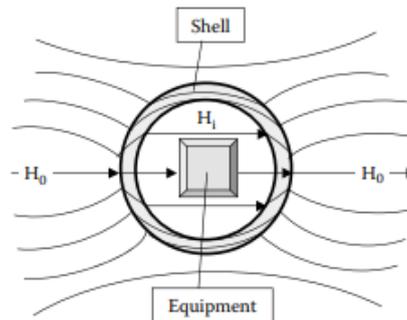


Figure 1-2: Une enveloppe magnétique sphérique avec une bonne perméabilité.

Une autre solution consiste à utiliser un blindage mince composé d'un matériau conducteur à faible perméabilité (figure 1-3) pour protéger efficacement les champs B à haute fréquence. En effet, un champ B alternatif induit des courants de Foucault, si ce dernier à une conductivité adéquate Ces courants de Foucault vont eux-mêmes créer un champ magnétique alternatif d'orientation opposée à l'intérieur de l'enveloppe ^[10]. L'effet augmentera à mesure que la fréquence augmentera, ce qui se traduit par une grande efficacité de blindage à haute fréquence, Par conséquent, il est relativement difficile de se protéger contre les champs magnétiques à basse fréquence. Alors que le blindage par absorption magnétique nécessite généralement l'installation de boucliers épais constitués de matériaux magnétiques assez coûteux.

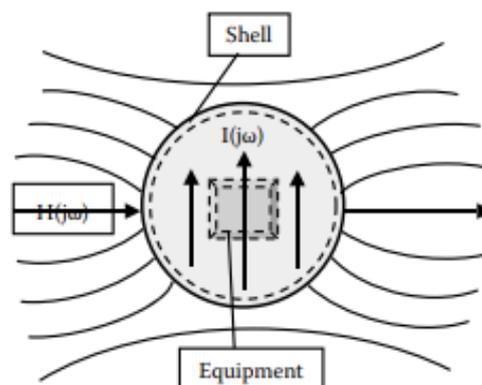


Figure 1-3: Une fine enveloppe métallique de bonne conductivité réduira l'intensité d'un champ magnétique alternatif à cause des courants $I(j\omega)$ induits par le champ magnétique $H(j\omega)$

I.4. L'efficacité du blindage :

Le terme d'efficacité du blindage électromagnétique (EB) est défini comme la capacité d'un matériau à atténuer ou à réduire le signal électromagnétique^[11], elle est basée sur la fréquence, la distance du blindage par rapport à la source, l'épaisseur et la nature du matériau utilisé, elle est normalement exprimé en décibels (dB) en tant que fonction du logarithme du rapport de l'intensité des champs électriques (E), magnétiques (B) ou d'ondes planes incidents et de sortie comme exprimé dans les équations suivantes :

$$EB_P(dB) = 10\log\left(\frac{P_i}{P_s}\right) \tag{1.1}$$

$$EB_E(dB) = 20\log\left(\frac{E_i}{E_s}\right) \tag{1.2}$$

$$EB_B(dB) = 20\log\left(\frac{B_i}{B_s}\right) \tag{1.3}$$

Où (Pi, Ei, Bi) et (Ps, Es, Bs) sont respectivement l'intensité de l'onde plane, du champ électrique et du champ magnétique incident et de sortie

Toutes les ondes électromagnétiques comprennent un champ électrique (E) et un champ magnétique (B) orthogonal, elles se propage à angle droit par rapport au plan contenant le champ électrique et le champ magnétique, et ses caractéristiques dépendent de leur fréquence et des énergies photoniques associées ; Le rapport entre l'intensité du champ électrique et l'intensité du champ magnétique est appelée impédance d'onde.

$$Z = \frac{E}{H} \tag{1.4}$$

On peut séparer la région de mesure en fonction de la distance entre la source EM et le blindage en champ proche et champ lointain ; si la distance (d) est supérieure à $\lambda/2\pi$, le rapport entre le E et B (impédance de l'onde EM) est égale à l'impédance intrinsèque de l'espace libre ($Z_0=377\Omega$), Ainsi, dans la région du champ lointain, l'onde plane existe et $EB_B = EB_E$, dans la région du champ proche où la distance (d) est inférieure à $\lambda/2\pi$, le champ E et B ne sont pas égaux et l'onde électromagnétique est soit dominée par le champ électrique, soit par le champ magnétique, Si l'impédance de l'onde EM est supérieure à Z_0 , alors c'est le champ électrique qui domine et vice-versa.^[12]

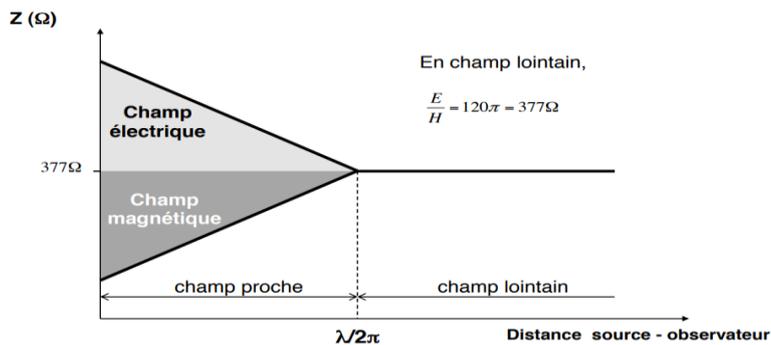


Figure 1-4 : l'impédance d'onde en fonction de la distance

I.5. Mécanismes de blindage :

Le mécanisme de blindage est une combinaison de réflexion, Absorption et Réflexion multiple. Lorsqu'une onde EM s'approche de la surface du matériau de blindage, une partie de l'onde est réfléchiée par la surface, une autre partie est absorbée dans le matériau de blindage et une autre partie subit plusieurs réflexions à l'intérieur du blindage.

Donc l'efficacité totale du blindage est la somme des facteurs de réflexion (R), d'absorption (A) et de réflexion multiple (M).

$$EB_T(\text{dB}) = R(\text{dB}) + A(\text{dB}) + M(\text{dB}) \tag{1.5}$$

Tous les termes de l'équation 1.5 sont exprimés en dB. Le facteur de réflexion multiple M peut être négligé si la perte d'absorption A est supérieure à 10 dB. En pratique, A peut également être négligé pour les champs électriques et les ondes planes.

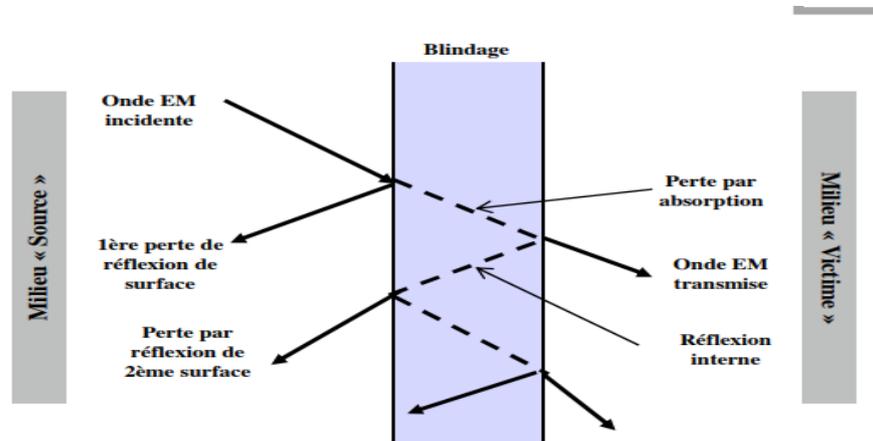


Figure 1-5 : Représentation des mécanismes de blindage EM.

I.5.1. Mécanisme de Réflexion :

La réflexion est considérée comme le mécanisme primaire du blindage EM, Cette réflexion dépend de la nature du matériau et de la distance entre la source et l'observateur. En effet, la réflexion dépend de l'impédance de l'onde qui dépend elle-même de cette distance. Le calcul des pertes par réflexion peut être simplifié en séparant l'efficacité de réflexion électrique de celle de l'efficacité magnétique et de l'onde plane

Il existe donc trois calculs pour la réflexion en prenant ici le cas d'une plaque infinie :

- Onde de type électrique (Champ proche, haute impédance) :

$$R_E(\text{dB}) = 322 + 10\log\left(\frac{\sigma_r}{\mu_r \cdot f^3 \cdot r^2}\right) \tag{1.6}$$

- Onde de type magnétique (Champ proche, basse impédance) :

$$R_B(\text{dB}) = 15 + 10\log\left(\frac{\sigma_r \cdot r^2 \cdot f}{\mu_r}\right) \tag{1.7}$$

- Onde plane. (Champ lointain, impédance constante : $Z_0 = 377 \Omega$) :

$$R_P(\text{dB}) = 168 + 10\log\left(\frac{\sigma_r}{\mu_r \cdot f}\right) \tag{1.8}$$

Avec :

R_E, R_B, R_P : les pertes de réflexion pour les champs électrique, magnétique et l'onde plane respectivement

f = fréquence en Hz

r = distance de la source à la paroi en m

μ_r = perméabilité relative du matériau

σ_r = permittivité relative du matériau par rapport au cuivre

I.5.2. Mécanisme d'absorption :

Le second mécanisme du blindage EM est l'absorption, les pertes par absorption A sont fonction des caractéristiques physiques de l'écran et sont indépendantes du type de champ de source. Par conséquent, A est le même pour les trois ondes.

Lorsqu'une onde électronique traverse un milieu tel qu'un bouclier, son amplitude diminue de manière exponentielle, Cette perte absorption se produit parce que les courants induits dans le milieu produisent des pertes ohmiques et un réchauffement du matériau, et E_1 et B_1 peuvent être exprimés comme :

$$E_1 = E_0 \cdot e^{(-\frac{t}{\delta})} \quad (1.9)$$

$$B_1 = B_0 \cdot e^{(-\frac{t}{\delta})} \quad (1.10)$$

La distance nécessaire pour que l'onde soit atténuée à $1/e$ ou 37% est défini comme la profondeur de la peau, δ , avec :

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f \mu \sigma}} \quad (1.11)$$

Par conséquent, le terme A peut être exprimé comme :

$$A = 20 \left(\frac{t}{\delta} \right) \log(e) = 8.69 \left(\frac{t}{\delta} \right) = 131 t \sqrt{f \mu \sigma} \quad (1.12)$$

Où :

A : perte d'absorption en dB

t : l'épaisseur de l'écran de blindage en mm

f : la fréquence en Mhz

μ et σ : respectivement, la perméabilité et la permittivité relative au cuivre

I.5.3. Mécanisme de réflexions multiple:

Outre les phénomènes de réflexion et d'absorption des mécanismes de blindage, un autre mécanisme de blindage est celui des réflexions multiples, qui consiste de plusieurs réflexions consécutives à la surface et l'interface du bouclier, Un tel mécanisme commande la présence d'une surface raisonnablement importante ou d'une zone d'interface interactive dans le bouclier.

Le facteur M peut être mathématiquement positif ou négatif (en pratique, il est toujours négatif), et devient insignifiant lorsque la perte d'absorption $A \geq 10$ dB, il peut être exprimé comme :

$$M(\text{dB}) = 20 \log(1 - e^{-\frac{2t}{\delta}}) \quad (1.13)$$

L'efficacité totale du blindage pour les champs électriques, magnétiques et d'ondes planes peut être obtenue par l'équation 1.5 en combinaison les équations des pertes par absorption et réflexion, ainsi que le facteur M. ^[13]

I.6. Mécanismes de blindage pour les matériaux à pertes :

Les équations de la EB sont calculées avec la présupposition que le matériau de blindage utilisé est fortement conducteur, mais pour le cas des composites polymère, Malgré leur conductivité modérée par rapport au matériaux métallique, ils peuvent produire des degrés important de blindage des ondes électromagnétiques. ^[14]

L'étude des mécanismes de blindage d'un matériau à pertes modérées peut être exploitée pour l'analyse de ces matériaux composites ; Ici, les équations présentées sont normalement divisées en deux composantes principales : l'une est la perte par réflexion et l'autre est la perte par absorption. Dans le cas des matériaux à perte linéaire et isotrope, la propagation des ondes électriques en courant alternatif (CA) a deux composantes de base :

a). le transport d'électrons/de trous d'électrons libres obéissant à la conductivité complexe qui est justifiée par l'équation :

$$\sigma = \dot{\sigma} - j\ddot{\sigma} \quad (1.14)$$

b). le déplacement diélectrique de l'électron lié à la permittivité qui est exprimée par l'équation :

$$\varepsilon = \dot{\varepsilon} - j\ddot{\varepsilon} \quad (1.15)$$

La composante réelle $\dot{\varepsilon}$ est colligée à la phase de polarisation et la composante imaginaire $\ddot{\varepsilon}$ est le résultat des pertes associées à l'amortissement diélectrique, c'est-à-dire que les électrons liés dans les dipôles subissent la fluctuation du champ électrique à une fréquence angulaire appelée ω . Ainsi, la densité de courant « J » déterminée par un champ électrique E sera :

$$J = j\omega \left(\dot{\varepsilon} - j\ddot{\varepsilon} - \frac{j\dot{\sigma}}{\omega} + \frac{j\ddot{\sigma}}{\omega} \right) E \quad (1.16)$$

Cependant la conductivité imaginaire $\ddot{\sigma}$ est généralement négligeable aux fréquences inférieures à 300 GHz, de sorte que l'on peut supposer que :

$$\sigma = \dot{\sigma} = \sigma_{cc} \quad (1.17)$$

Alors l'équation (1.16) peut être écrite comme :

$$J = j\omega \left(\dot{\varepsilon} - j(\ddot{\varepsilon} + \frac{\sigma}{\omega}) \right) E \quad (1.18)$$

Où le terme " $\tilde{\varepsilon} + \frac{\sigma}{\omega}$ " dépend linéairement de la conductivité effective totale .

L'impédance intrinsèque d'un matériau η est :

$$\eta = \sqrt{\frac{\mu}{(\tilde{\varepsilon} - j(\tilde{\varepsilon} + \frac{\sigma}{\omega}))}} \quad (1.19)$$

I.7. Rôle des nano- composites polymères :

Les nanocomposites polymères sont des matériaux intéressants à cause de leur taille nanométrique, les matrices polymères nanocomposites dispersés avec des particules présentent des propriétés nettement améliorées par rapport aux polymères purs ou aux composites traditionnels ; Les polymères sont légers, résistants à la corrosion, flexibles, rentables et faciles à fabriquer, ils ont également une combinaison unique de propriétés électriques, thermiques, diélectriques et magnétiques et qui sont désirables pour l'atténuation des bruits électromagnétiques.

I.7.1. Définition des matériaux composites :

Un matériau composite est formé par la combinaison de deux ou plusieurs matériaux différents pour former un nouveau matériau avec des propriétés améliorées. Par exemple, les roches sont combinées avec du ciment pour fabriquer du béton, qui est aussi solide que les roches qu'il contient mais qui peut être façonné plus facilement que la roche à sculpter. Bien que les propriétés améliorées du béton soient la résistance et la facilité de fabrication, la plupart des propriétés physiques, chimiques et de traitement peuvent être améliorées par une combinaison appropriée de matériaux.

Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue, appelée matrice. ^[15]

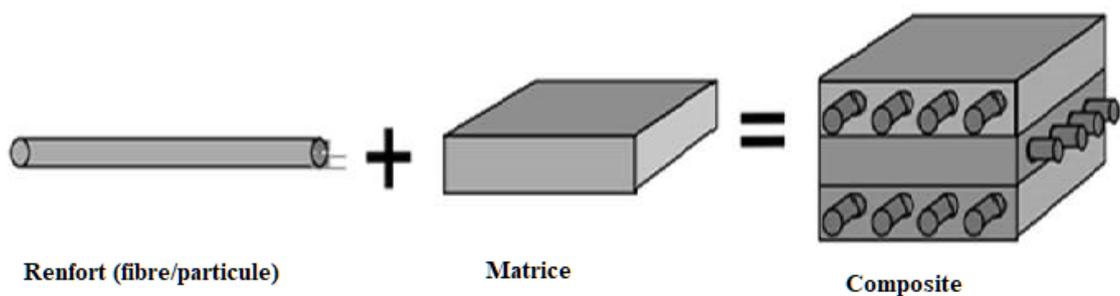


Figure 1.6 : Représentation de la composition des composites

I.7.1.1. La matrice :

La matrice est l'un des deux principaux constituants des matériaux composites. C'est le terme désignant la résine polymérisée dont le rôle est de maintenir les renforts en place et de leur assurer la cohésion et la protection. Elle permet également la transmission des efforts mécaniques vers les renforts. La matrice est généralement homogène et isotrope.

Les matrices ou résines sont des différents types :

- Epoxy.
- Polyester, Vinylester.
- Phénolique.
- BMI.
- Cynatester.

I.7.1.2. Le renfort :

Le renfort est généralement composé de matériau plus dur que la résine ; son rôle principal est d'assurer au matériau une grande résistance surtout à la traction, et qui se présente généralement sous forme de fibres.

Les renforts sont disponibles sous différentes structures :

- Particules ou charges.
- Fibres courtes ou longues.
- Tissage multiaxial.

Il existe 3 catégories principales de renforts :

- Organique : Fibre de verre, d'aramide...
- Minéral : Fibre de carbone, de céramique...
- Métallique : fibre de bore, d'alumine...

I.7.1.3. Les familles des matériaux Composites :

Il existe 3 grandes familles qui répertorient les matériaux composites en fonction de la matrice qui les compose. ^[16]

I.7.1.3.1. Les composites à matrice organique (CMO) :

Il s'agit, de loin, des composites les plus répandus : ce sont en effet les seuls composites ayant, pour beaucoup d'entre eux, des coûts unitaires suffisamment réduits pour pouvoir être produits en grandes séries. Plus précisément, on distingue généralement deux types de CMO :

- Les composites à grande diffusion, peu coûteux et représentant près de 95% des CMO fabriqués, utilisés pour toutes sortes de pièces faiblement sollicitées.
- Les composites à haute performance, plus onéreux mais présentant des qualités mécaniques supérieures, notamment employés dans l'aéronautique, le nautisme, les sports et loisirs ou encore la construction industrielle.

I.7.1.3.2. Les composites à matrice céramique (CMC) :

Beaucoup moins répandus que leurs homologues à matrice organique en raison d'un coût élevé, les CMC s'adressent aux applications à très haute température. Ils sont principalement utilisés dans l'industrie spatiale et l'aéronautique militaire, ainsi que pour la conception d'organes haut de gamme comme des disques ou plaquettes de freins, Les céramiques possèdent de nombreux atouts pour de telles applications : elles peuvent résister à des températures très élevées, sont plus légères que de nombreux métaux, et présentent une bonne stabilité chimique. Malheureusement, leur grande fragilité limite fortement leur domaine d'utilisation.

Le principe des CMC est donc de rendre les céramiques moins cassantes en leur donnant une structure composite, c'est-à-dire en les façonnant sous forme de renforts et d'une matrice. Cela conduit à une meilleure résistance à la rupture, pour deux raisons :

- Les fibres ayant un diamètre microscopique, il est possible de les fabriquer avec très peu de défauts, ce qui conduit à des contraintes de rupture plus élevées.
- Lorsque le composite se dégrade, les fissures ont tendance à suivre les interfaces situées entre les fibres et la matrice au lieu de se propager dans les fibres au lieu de rompre brutalement le matériau se « désassemble » donc progressivement.

I.7.1.3.3. Les composites à matrice métallique (CMM) :

Les composites à matrice métallique ont été élaborés pour tenter de concilier les qualités des métaux (ductilité, bonne tenue face au vieillissement et au feu...) avec la légèreté et les bonnes caractéristiques mécaniques propres aux structures composites. Ce sont des matériaux performants, mais pénalisés par un coût de revient encore élevé et réservés à des applications relativement exigeantes, dans divers domaines. Les CMM comportent une matrice en métal léger (aluminium et ses alliages, magnésium, titane...) et un renfort pouvant être, comme pour les CMO ou CMC, de deux types :

- Soit des particules ou des fibres courtes céramiques ; les propriétés mécaniques sont alors légèrement supérieures à celle du métal formant la matrice, et les procédés traditionnels de mise en forme des métaux peuvent généralement être employés.
- Soit des fibres longues céramiques ou métalliques les propriétés sont alors bien supérieures à celles de la matrice et les procédés de mise en forme sont plus coûteux (il s'agit typiquement d'infiltrer du métal fondu autour d'un tissu de fibres).

Un avantage de ces composites est que la matrice étant métallique ses caractéristiques mécaniques intrinsèques sont généralement bonnes. Il est donc possible de s'appuyer sur le comportement matriciel et de ne renforcer que certaines zones, ou encore de se contenter de renforts unidirectionnels ; cela est généralement impossible avec les matrices polymères (en raison de leur faible résistance) ou céramiques (en raison de leur fragilité). Un inconvénient est la grande réactivité chimique des métaux : lors de la mise au point du composite, il faut s'assurer que la matrice et le renfort ne peuvent pas réagir entre eux, faute de quoi les conséquences sur les propriétés mécaniques peuvent être catastrophiques. ^[17] Pour chacune de ces familles, les renforts utilisés pour compléter la matrice sont différents.

I.7.2. Les nanocomposites :

I.7.2.1. Définitions :

Les nanocomposites sont des composites dont au moins une des phases présente des dimensions de l'ordre des nanomètres ($1 \text{ nm} = 10 \times 10^{-9} \text{ m}$), ils sont généralement conçus de la combinaison d'une matrice massive avec une phase de renfort nanométrique de propriétés différentes, Les matériaux nanocomposites sont apparus comme des alternatives efficaces pour surmonter les limites des microcomposites

Il a été observé que des changements dans les propriétés des particules peuvent être observés lorsque la taille des particules est inférieure à un niveau particulier, appelé "taille critique" (tableau 1). En effet, lorsque les dimensions atteignent le niveau nanométrique, les interactions aux interfaces de phase s'améliorent considérablement, ce qui est important pour améliorer les propriétés des matériaux. Dans ce contexte, le rapport surface/volume des charges utilisés dans la préparation des nanocomposites est crucial pour la compréhension de leurs rapports structure/propriété. ^[18]

Propriétés	la taille des particules pour produire des changements (nm)
activité catalytique	<5
Adoucissement des matériaux magnétiques durs	<20
Changement dans les indices de réfractions	<50
renforcement et durcissement	<100

Tableau I-1 : taille des particules nécessaires pour produire un changement de propriétés dans les systèmes nanocomposites.

I.7.2.2. Classifications des nanocomposites :

Les matériaux nanocomposites peuvent être classés, en fonction des matériaux de leur matrice, en trois catégories différentes :

- nanocomposites à matrice polymère (PMNC).
- nanocomposites à matrice céramique (CMNC).
- nanocomposites à matrice métallique (MMNC).

Class	Exemples
Métal	Fe-Cr/Al ₂ O ₃ , Co/Cr, Fe/MgO, Mg/CNT
Céramique	Al ₂ O ₃ /SiO ₂ , SiO ₂ /Ni, Al ₂ O ₃ /CNT
Polymère	thermoplastics/thermoset, polymere/layered silicates, polymere/CNT

Tableau I-2 : les différents types de nanocomposite.

I.7.2.3. Structure et propriétés :

La structure des nanocomposites est généralement constituée du matériau de la matrice contenant les composants de renforcement de taille nanométrique sous forme de particules, de fibres, de nanotubes, etc. Différents chercheurs ont utilisé divers équipements et techniques pour la caractérisation des nanocomposites, notamment la microscopie à force atomique (AFM), la microscopie à effet tunnel à balayage (STM), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la spectroscopie photo électronique à rayons X (XPS), la résonance magnétique nucléaire (RMN), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), la microscopie électronique à balayage et à transmission (SEM/TEM), etc. En outre, des calculs théoriques et des simulations ont été élaborés pour prévoir les propriétés de résistance, y compris les courbes de contrainte et de déformation. ^[18]

I.7.3. Les nanomatériaux :

I.7.3.1. Définition :

Le nanomatériau est défini comme le "matériau ayant une dimension externe quelconque à l'échelle nanométrique ou ayant une structure interne ou une structure de surface à l'échelle nanométrique", l'échelle nanométrique étant définie comme la "plage de longueur d'environ 1 nm à 100 nm". Cela comprend à la fois les nano-objets, qui sont des morceaux de matériau discrets, et les matériaux nanostructurés, qui ont une structure interne ou superficielle à l'échelle nanométrique ; un nanomatériau peut appartenir à ces deux catégories. ^[19]

I.7.3.2. Sources :

Les sources des nanomatériaux peuvent être divisées en trois catégories :

- **Manufacturés** : des nanomatériaux qui ont été délibérément conçus et fabriqués par l'homme pour avoir certaines propriétés requises. Ils comprennent des nanoparticules de noir de carbone et de dioxyde de titane. ^[20]
- **Incidentelle** : Les nanomatériaux peuvent être produits accidentellement comme sous-produits de processus mécaniques ou industriels. Les sources de nanoparticules accidentelles comprennent les gaz d'échappement des moteurs de véhicules, les fumées de soudage, les processus de combustion des combustibles solides domestiques pour le chauffage et la cuisson. ^[21]
- **Naturelle** : Les systèmes biologiques sont souvent constitués de nanomatériaux naturels et fonctionnels. La structure des foraminifères (principalement la craie) et des virus (protéine, capsid), les cristaux de cire recouvrant une feuille de lotus ou de capucine, la soie d'araignée et de tétranyque. ^[22]

I.7.3.3. Classification :

Les matériaux nanostructurés sont classés comme étant ^[23] :

- À Zéro dimension: sphères, clusters (a).
- À Une dimension : nanofibres, nanocâbles (b).
- À deux dimension: nanofilms (c).
- À Trois dimension : matériaux nanophasés (d).

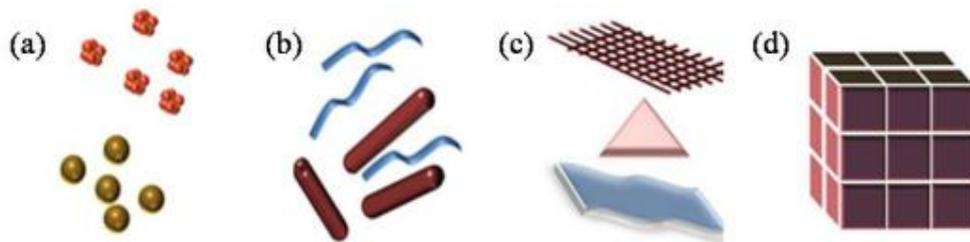


Figure 1.7 : classification des nanomatériaux

I.7.3.4. Synthèse :

Deux approches existent ^[24] :

- **Top-down** : consiste à assembler des atomes dans un « réacteur » ou autre système pour produire des nanoparticules.
- **Bottom-up** : consiste à dégrader de la matière en particules nanométriques.

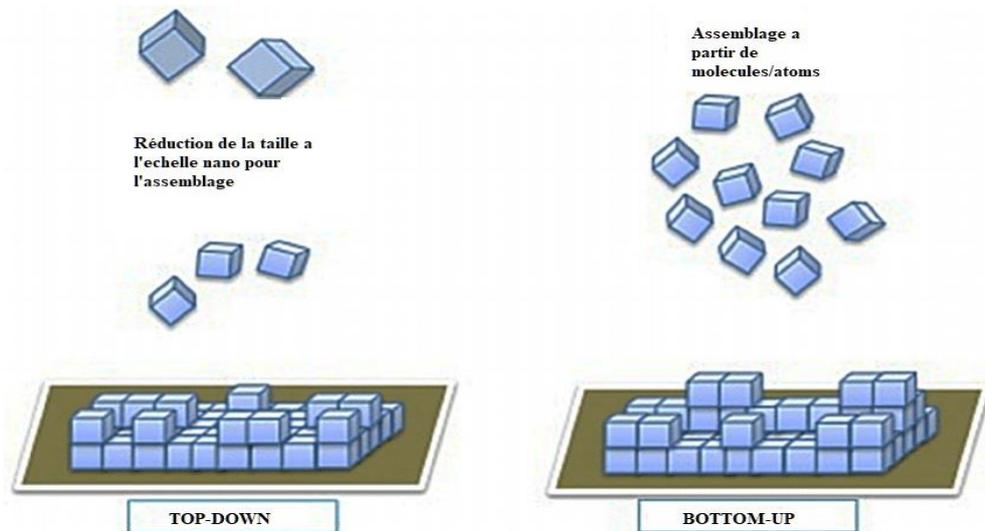


Figure 1.8 : les approches 'top-down' et 'bottom-up' en nanotechnologie.

I.7.3.5. Propriétés électromagnétiques :

I.7.3.5.1. Propriétés électriques :

On peut moduler la résistivité des nano composites en contrôlant la taille des particules métalliques et la distance entre elles, Un des problèmes fondamentaux les plus étudiés et celui de la transition métal isolant dans les particules métalliques nanométriques ^[25]

I.7.3.5.2. Propriétés magnétiques :

Parmi les propriétés magnétiques améliorées, l'amélioration du champ coercitif, de l'aimantation rémanente dans les alliages nanostructures en diminuant la taille des particules. En effet l'augmentation de la fraction atomique liée à la surface et/ou interface entraîne un effet de plus en plus important sur les propriétés magnétiques. De même, les propriétés intrinsèques du matériau (aimantation spontanée, anisotropie magnéto cristalline) sont fortement influencées par la taille des particules. ^[26]

I.7.3.6. Broyage mécanique :

Le broyage mécanique est un exemple typique de méthode de synthèse "top-down" des nanomatériaux, où le matériau est préparé non pas par assemblage de grappes mais par la décomposition structurelle de des structures à grains plus larges résultant d'une déformation importante. Ce phénomène est devenu un pour fabriquer des matériaux nanocristallins en raison de sa simplicité, de là l'équipement nécessaire, et l'applicabilité essentiellement à la synthèse de toutes les classes de matériaux. L'avantage majeur souvent cité est la possibilité de mettre facilement à l'échelle des quantités de tonnes pour diverses applications. Le broyage mécanique consiste à agiter une jarre contenant des billes d'acier et de la poudre. Cette poudre peut être un mélange de poudres d'éléments purs ou de poudres d'éléments pré alliés. Sous l'effet des collisions répétées des billes entre elles (mais aussi des billes avec la paroi de la

jarre, les grains de poudre sont écrasés. Ils sont alors alternativement déformés plastiquement, fracturés et soudés ce qui conduit à la formation d'agrégats, ou particules, dont la taille dépend de la compétition entre les phénomènes de soudure et de fracture. [27]

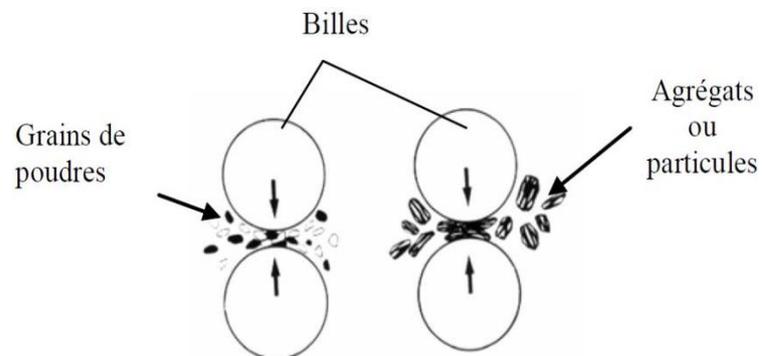


Figure 1-9 : concept du broyage mécanique.

*Chapitre II : Mesure des
propriétés
électromagnétiques de
milieux matériels*

Introduction :

Les mesures de permittivité et de perméabilité sont nécessaires dans de nombreuses applications pour une grande variété de matériaux. Les techniques les plus utilisées dans le domaine des micro-ondes sont : résonateurs à cavité, espace libre, coaxial à extrémité ouverte et la ligne de transmission. Méthodes à haute résonance sont précises, mais peuvent être utilisées en bande étroite. L'espace libre et les méthodes de sondage coaxial à extrémité ouverte ne sont pas destructrices pour la mais sont moins précises. Les techniques de transmission en ligne sont les méthodes les plus simples pour la caractérisation électromagnétique dans les fréquences à large bande. Elles comprennent les lignes courtes et les lignes ouvertes (mesure à un port) et les lignes de transmission/réflexion (mesures à deux ports).

Pour la méthode de transmission/réflexion (TR), la cellule de mesure est constituée d'une section de ligne coaxiale ou de guide d'onde rectangulaire remplie de l'échantillon à caractériser. Les paramètres électromagnétiques de l'échantillon sont déduits de la matrice de diffusion définie entre les plans de l'échantillon et sont généralement mesurés avec un analyseur automatique de réseau. La procédure Nicolson-Ross-Weir (NRW) est la méthode la plus couramment utilisée pour effectuer ce calcul. Cette méthode a l'avantage d'être non itérative et applicable aux cellules à ligne coaxiale et à guide d'onde rectangulaire.

II.1. Propriétés électromagnétiques de milieux matériels :

Les propriétés électromagnétiques des milieux matériels sont définies à partir de deux paramètres constitutifs : la permittivité ε , qui traduit la réaction du milieu face à une excitation électrique et la perméabilité μ , qui décrit le comportement du matériau vis-à-vis d'une excitation magnétique. La permittivité et la perméabilité sont représentées par des valeurs complexes

$$\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon'' \quad (2,1)$$

$$\mu = \mu' - j\mu'' \quad (2,2)$$

La réponse électromagnétique de milieux peut être représentée par une permittivité et une perméabilité moyenne.

Pour avoir accès à la permittivité et la perméabilité complexes d'un milieu matériel on prélève un échantillon de matière et on le place sur le trajet d'une onde électromagnétique progressive, soit dans l'espace libre, soit à l'intérieur d'une structure de propagation. On peut également positionner l'échantillon dans une cavité résonante. Les coefficients de réflexion et de transmission du dispositif expérimental dépendent directement des propriétés électromagnétiques du matériau, c'est la caractérisation électromagnétique. A partir de la

mesure de ces coefficients et de l'analyse électromagnétique des discontinuités créées par l'échantillon, on remonte à la permittivité et la perméabilité de l'échantillon.

II.1.1. Permittivité diélectrique :

La permittivité, plus précisément permittivité diélectrique, est une propriété physique qui décrit la réponse d'un milieu donné à un champ électrique appliqué.

C'est une propriété macroscopique, essentielle de l'électrostatique, ainsi que de l'électrodynamique des milieux continus. Elle intervient dans de nombreux domaines, notamment dans l'étude de la propagation des ondes électromagnétiques, et en particulier la lumière visible et les ondes utilisées en radiodiffusion.

II.1.1.1. Permittivité d'un matériau :

Au niveau microscopique, la permittivité d'un matériau est liée à la polarisabilité électrique des molécules ou atomes constituant le matériau.

La permittivité d'un matériau est une grandeur tensorielle (la réponse du matériau peut dépendre de l'orientation des axes cristallographiques du matériau), qui se réduit à un scalaire dans les milieux isotropes.

Elle est très généralement complexe, la partie imaginaire étant liée au phénomène d'absorption ou d'émission du champ électromagnétique par le matériau.

II.1.1.2. Permittivité complexe :

Dans un milieu diélectrique réel, il existe toujours à basses fréquences une faible conductivité liée à différents mécanismes microscopiques (défauts notamment). On parle alors de pertes diélectriques. On peut tenir compte de ces pertes en définissant une permittivité complexe :

$$\tilde{\varepsilon}(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_0(\varepsilon'_r(\omega) - i\varepsilon''_r(\omega)) \quad (2,3)$$

Ces pertes sont souvent très faibles. La partie imaginaire est donc très petite devant la partie réelle. On parle alors parfois d'angle de perte, exprimé en pour cents et défini par :

$$\delta_e \approx \tan\delta_e = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (2,4)$$

Cette appellation s'explique par le fait que cet angle δ_e est l'angle formé par les vecteurs champs électrique et déplacement électrique dans le plan complexe.

Les parties réelles et imaginaires de la permittivité ne sont pas complètement indépendantes. Elles sont reliées par les relations de Kramers-Kronig.

Dans le cas où la permittivité d'un milieu est complexe, la relation liant l'indice de réfraction de ce milieu et sa permittivité relative existe toujours :

$$\tilde{n}(\omega) = n(\omega) - ik(\omega) = \tilde{\varepsilon}(\omega)^2 \quad (2,5)$$

Où $\tilde{n}(\omega)$ est l'indice de réfraction complexe du milieu, l'indice de réfraction du milieu $n(\omega)$ (celui utilisé pour calculer la vitesse de propagation d'une onde électromagnétique dans ce milieu) et $k(\omega)$ définit l'absorption dans ce milieu. [2, 3,4]

II.1.1.3. Mesure de permittivité d'un matériau :

La mesure de permittivité peut s'effectuer à l'aide de différents instruments tels que :

Des sondes coaxiales.

Des guides d'onde.

Des cavités.

Des bancs en espace libre, etc.

II.1.2. La polarisation diélectrique :

Un matériau diélectrique, et grâce à ses dipôles, est capables de stocker l'énergie électrique lorsqu'un champ électrique externe lui est appliqué ; ce phénomène s'appelle : polarisation.

L'estimation de cette grandeur physique est calculée en comptant le nombre de moments dipolaires par unité de volume. La polarisation désigne l'aptitude du diélectrique à se laisser influencer par le champ électrique en déplaçant ses barycentres de charges positives et négatives.

Soit un champ électrique uniforme \vec{E}_{ext} appliqué sur un échantillon de forme ellipsoïdale. Ce champ produit une polarisation uniforme :

$$\vec{P} = \epsilon_0 \cdot \chi \cdot \vec{E}_{ext} \tag{2,4}$$

II.1.2.1. Le champ électrique local :

Soit un point matériel M qui forme avec un dipôle ponctuel D de moment polaire \vec{m} un vecteur \vec{r} .

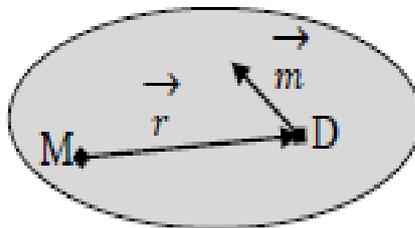


Figure 2-1: Induction d'un dipôle sur un point matériel M.

Le champ électrique sur ce point du à la présence du dipôle est définit par :

$$\vec{E}(\vec{r}) = \frac{3(\vec{m} \cdot \vec{r})\vec{r} - r^2 \vec{m}}{4\pi\epsilon_0 r^5} \tag{2,5}$$

Dans le cas de la présence de n dipôles entourant ce point matériel et caractérisés chacun par son moment dipolaire \vec{m}_i et son vecteur \vec{r}_i .

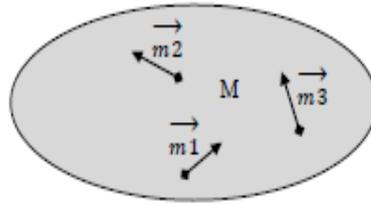


Figure 2-2 : Représentation d'un point matériel M entouré par 3 dipôles ponctuels.

Le champ total appliqué sur le point M sera :

$$\vec{E}_{dipôles} = \sum_{i=1}^n \frac{3(\vec{m}_i \cdot \vec{r}_i)\vec{r}_i - r_i^2 \vec{m}_i}{4\pi\epsilon_0 r_i^5} \quad (2,6)$$

Supposant maintenant qu'un champ électrique externe est appliqué, ce point matériel sera alors sous l'effet de deux sources de champ électrique : l'une causée par les dipôles permanents, l'autre par le champ externe. Le champ affectant le point matériel est celui résultant des deux sources. On l'appelle : champ électrique local. Il est la somme du champ externe \vec{E}_{ext} et du champ $\vec{E}_{dipôles}$ créé par les différents dipôles qui l'entourent.

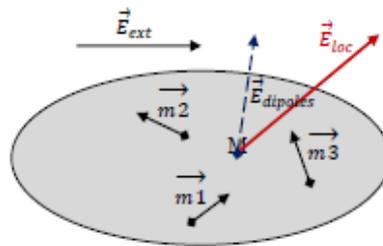


Figure 2-3 : Application d'un champ externe sur un point matériel M entouré de 3 dipôles.

On peut écrire :

$$\vec{E}_{Loc} = \vec{E}_{ext} + \vec{E}_{dipôles} \quad (2,7)$$

Ceci est vrai surtout pour les milieux matériels à moyenne et haute densité où les particules sont assez proches. Dans le cas des milieux peu denses (gaz), les distances qui séparent les différentes particules sont importantes, par conséquent l'influence de ces particules sur un point donné sera négligeable devant l'effet qu'exerce un champ externe sur ce point. Le champ local se réduit dans ce cas au champ appliqué : $E_{loc} \approx E_{ext}$.

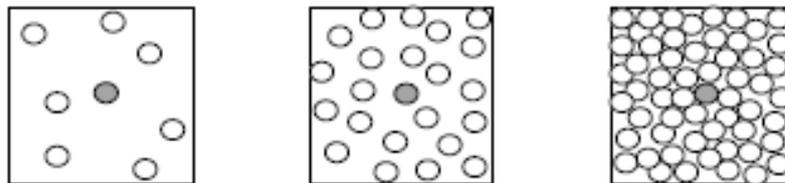


Figure 2-4 : Représentation des distances inter-particules dans le cas de trois milieux Matériels à différentes densités.

Pour un milieu cristallin linéaire, homogène et isotrope, le champ local est donné par l'expression :

$$\vec{E}_{loc} = \vec{E}_{ext} + \frac{\vec{p}}{3\epsilon_0} \quad (2,8)$$

Où $\frac{\vec{p}}{3\epsilon_0}$ est le champ créé par les dipôles et qu'on appelle : champ de Lorentz.

II.1.2.2. Les mécanismes de la polarisation diélectrique :

On a déjà vu lorsqu'on a défini la polarisation que cette grandeur physique est souvent générée par plusieurs mécanismes. Il en existe quatre principaux et dont l'effet de chacun dépend essentiellement de la fréquence du champ appliqué. L'origine physique de la polarisation vient essentiellement de la contribution de ces différents mécanismes de polarisation.

Ces quatre types de polarisations sont : la polarisation électronique, la polarisation ionique (ou moléculaire), la polarisation dipolaire (ou d'orientation) et la polarisation hétérogène (ou inter faciale). Ces mécanismes n'apparaissent pas tous en même temps mais selon la fréquence d'excitation du champ extérieur appliqué. [7]

II.1.2.2.1. La polarisation électronique :

Lorsque la matière est au repos (pas d'excitation), le nuage électronique est théoriquement centré autour du noyau de l'atome. Ce nuage commence à dévier de sa position d'équilibre sous l'effet d'un champ électrique externe. Cette déviation est fonction de l'intensité du champ appliqué et des forces d'attractions entre les charges positives du noyau et celles négatives dans le nuage.

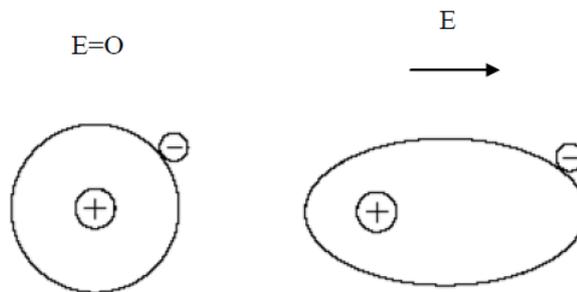


Figure 2-5 : Mécanisme de la polarisation électronique

Les barycentres des deux types de charges ne coïncident plus, il y a donc naissance d'un dipôle induit, et par conséquent d'un moment dipolaire.

Grâce à la relative petite masse des électrons, ce type de polarisation s'établit en un temps très court et il reste en contribution jusqu'à des fréquences très élevées. Cette

polarisation est notée :

$$\vec{P}_e = N \cdot \alpha_e \cdot \vec{E}_{loc} \quad (2,9)$$

N est le nombre de particules par unité de volume.

II.1.2.2. La polarisation ionique (ou moléculaire) :

Elle apparaît dans les matériaux qui contiennent des ions positifs et négatifs. Ces ions et en présence d'un champ électrique externe vont se déplacer pour s'aligner avec le champ appliqué.

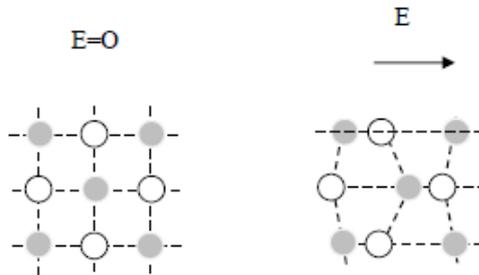


Figure 2-6 : Mécanisme de la polarisation ionique

Il y a donc naissance de dipôles induits. Cependant, ce mécanisme devient imperceptible aux fréquences micro-ondes à cause de la relative grande masse des ions qui augmente le temps d'établissement et à cause aussi des fortes liaisons ioniques. Cette polarisation est donnée par :

$$\vec{P}_e = N \cdot \alpha_e \cdot \vec{E}_{loc} \tag{2,10}$$

II.1.2.3. La polarisation dipolaire (ou d'orientation) :

Ce type de polarisation intervient dans le cas des milieux matériels qui possèdent des molécules polaires (tel que l'eau) et par conséquent des dipôles permanents. L'orientation de ces dipôles est aléatoire dans l'absence d'une excitation. Lorsqu'on applique un champ électrique externe, ils s'alignent avec ce dernier. Dans ce cas il n'y a pas un déplacement mais tout simplement une orientation des dipôles.

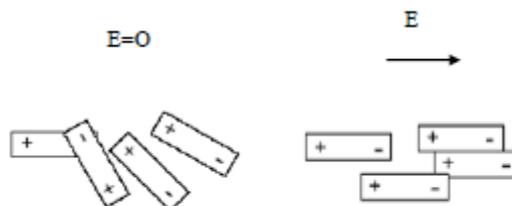


Figure 2-7 : Mécanisme de la polarisation dipolaire.

Ce type de polarisation existe surtout dans les milieux liquides ou visqueux dans lesquels les dipôles peuvent se mouvoir. Il dépend fortement de la température car l'aspect aléatoire de l'orientation des dipôles est fonction des agitations thermiques . Le temps d'établissement de la polarisation dépend de la fréquence du champ appliqué et de la viscosité du milieu. L'expression de cette polarisation est donnée par :

$$\vec{P}_o = N \cdot \alpha_o \cdot \vec{E}_{loc} \tag{2,11}$$

II.1.2.2.4. La polarisation hétérogène (ou interfaciale) :

Lorsque le milieu matériel est composé de plus d'une phase, il est dit hétérogène. L'existence de plusieurs phases implique que lorsqu'il y a des charges qui peuvent se déplacer sous l'effet d'un champ électrique externe, leur déplacement finira par les accumuler au niveau des interfaces qui existent entre les différentes phases. Le cumul de ces charges crée une polarisation dite interfaciale.

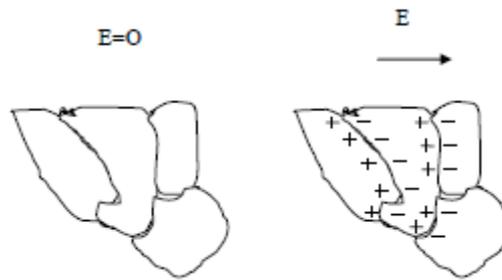


Figure 2-8 : Mécanisme de la polarisation interfaciale.

Dans le cas général, la polarisation totale dans un matériau est donnée par la somme de ces quatre types :

$$\vec{P} = \vec{P}_e + \vec{P}_i + \vec{P}_o + \vec{P}_h \tag{2,12}$$

$$\vec{P} = N \cdot \alpha \cdot \vec{E}_{loc} \tag{2,13}$$

Où $\alpha = \alpha_e + \alpha_i + \alpha_o + \alpha_h$ est la polarisabilité totale dans le matériau. Selon la nature du milieu matériel, et selon la fréquence de travail, cette grandeur peut se réduire soit à $(\alpha_e + \alpha_i)$ ou à $(\alpha_e + \alpha_i + \alpha_o)$.

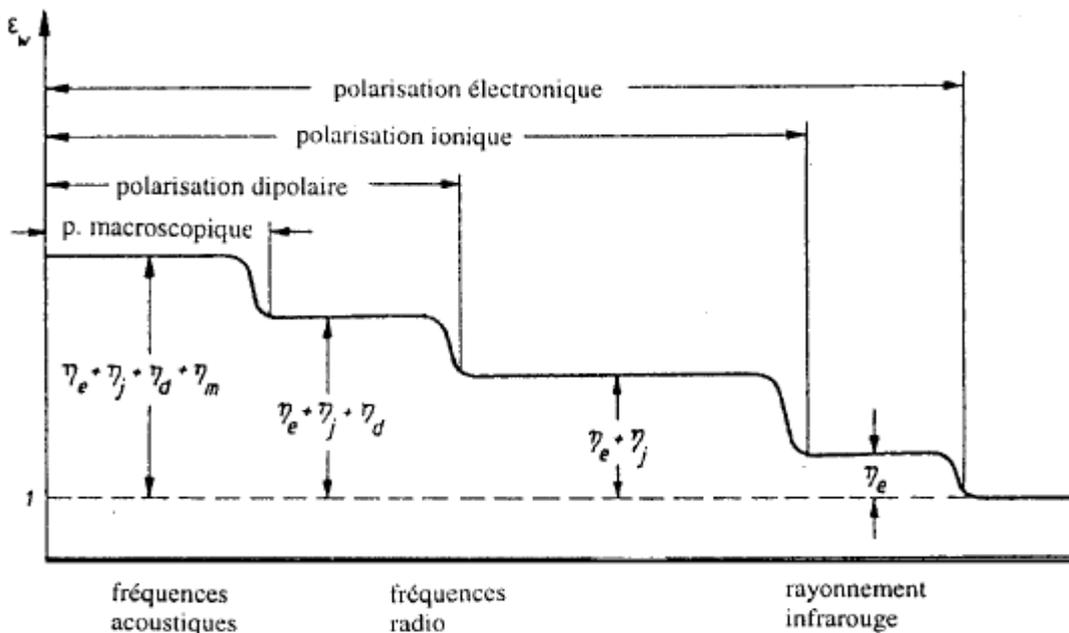


Figure 2-9 : Contribution des différents mécanismes de la polarisation dans la valeur de la permittivité complexe en fonction de la fréquence d'excitation.

II.1.2.2.5. La susceptibilité diélectrique :

Prenons le cas d'un milieu matériel dont les particules sont supposées de forme sphérique. Partant de la relation (2,13), et d'après l'équation (2,8), en remplaçant \vec{E}_{loc} , par sa valeur, on obtient :

$$\vec{P} = N \cdot \alpha \cdot \left(\vec{E}_{ext} + \frac{\vec{P}}{3\varepsilon_0} \right) \quad (2,14)$$

$$\vec{P} = \frac{3\varepsilon_0 \cdot N \cdot \alpha}{3\varepsilon_0 - N \cdot \alpha} \cdot \vec{E}_{ext} \quad (2,15)$$

Et comme :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \cdot \chi \cdot \vec{E}_{ext} \quad (2,16)$$

On obtient donc :

$$\chi = \frac{3 \cdot N \cdot \alpha}{3\varepsilon_0 - N \cdot \alpha} \quad (2,17)$$

χ Est appelée susceptibilité diélectrique qui dépend de la polarisabilité du milieu matériel et du nombre des particules par unité de volume. [5,6]

II.1.2.3. La relation entre la permittivité et la susceptibilité diélectrique :

La susceptibilité électrique χ est un nombre sans dimension tel que

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \cdot \chi \cdot \vec{E}_{ext} \quad (2,16)$$

Elle est liée à la permittivité par la relation

$$\varepsilon = \varepsilon_0(1 + \chi) \quad (2,18)$$

II.1.2.4. La relation entre la permittivité et la polarisabilité :

La permittivité est une grandeur macroscopique, la polarisabilité est définie pour un atome ou une molécule. Sous certaines hypothèses, il est possible de relier les deux : c'est la formule de Clausius-Mossotti.

D'après les équations (2,17) et (2,18), on peut aboutir à la formule : [4.5]

$$\frac{\varepsilon_r - 1}{\varepsilon_r + 2} = \frac{N \cdot \alpha}{3\varepsilon_0} \quad (2,19)$$

II.1.3. Perméabilité magnétique :

La perméabilité magnétique du matériau (μ) s'exprime par le produit de la perméabilité du vide μ_0 (Qui s'exprime en H/m) et de la perméabilité relative μ_r (sans dimension) :

$$\mu = \mu_0 \mu_r \quad (2,20)$$

μ_0 : Est une constante universelle, la constante magnétique (ou perméabilité magnétique du vide), qui vaut $4\pi \times 10^{-7}$ H/m

μ_r : Dépend du matériau.

En électrodynamique des milieux continus en régime linéaire, caractérise la faculté d'un matériau à modifier un champ magnétique \vec{B} , c'est-à-dire à modifier les lignes de flux magnétique. Cette valeur dépend ainsi du milieu dans lequel il est produit où le champ magnétique varie linéairement avec l'excitation magnétique \vec{H} .

Si le régime du matériau est dit linéaire, le champ magnétique \vec{B} et le champ d'excitation magnétique \vec{H} sont reliés, dans un matériau donné, par la relation dite « constitutive » :

$$\vec{B} = \mu \vec{H} \quad (2,21)$$

II.1.3.1. Type de magnétisme :

Selon la valeur de la perméabilité magnétique, on distingue des milieux matériels diamagnétiques (argent, cuivre, eau, or, plomb, zinc...), paramagnétiques (air, aluminium, magnésium, platine...) et ferromagnétiques (cobalt, fer, mu-métal, nickel ...).

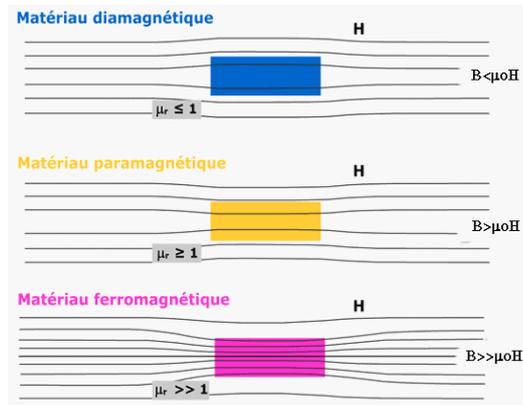


Figure 2-10 : Types de magnétisation.

En général, les matériaux diamagnétiques et paramagnétiques présentent des valeurs de perméabilité relative proche de 1. La perméabilité absolue μ des matériaux diamagnétiques et paramagnétiques est donc pratiquement égale à celle du vide, c'est-à-dire $4\pi \times 10^{-7}$ H/m.

La perméabilité des matériaux ferromagnétiques n'est pas constante mais dépend de l'excitation magnétique \vec{H} . Pour de faibles valeurs de \vec{H} , la valeur de μ_r reste plutôt basse (on parle de seuil avant que le champ d'excitation H ne produise une induction B significative) mais elle croît avec la valeur de \vec{H} en passant par un maximum et peut ensuite redevenir unitaire au-delà d'un autre seuil en raison d'une saturation (on parle alors de saturation magnétique). Pour cette raison des valeurs maximales de perméabilité relative sont indiquées dans le Tableau II.1. [7, 8,9]

Matériaux ferromagnétiques	μ_r (valeur maximale)	Température de Curie en °C
Cobalt	250	1 115
Fer	10 000	770
Mu-métal	150 000	420
Nickel	600	358

Tableau 2-1 : Perméabilité magnétique relative de matériaux ferromagnétiques à 20 °C.

II.1.4. Conductivité micro- ondes :

C'est la conductivité électrique caractérise l'aptitude d'un matériau ou d'une solution à laisser les charges électriques se déplacer librement et donc permettre le passage d'un courant électrique.

La conductivité électrique est l'inverse de la résistivité. La conductivité d'un matériau homogène est égale à la conductance d'un conducteur cylindrique constitué de ce matériau, divisée par sa section, et multipliée par sa longueur.

La loi de Nernst-Einstein permet de calculer la conductivité en fonction d'autres paramètres fondamentaux du matériau :

$$\sigma = \frac{DZ^2e^2C}{k_B T} \quad (2,22)$$

II.1.5. Effet de peau micro- ondes :

L'effet de peau ou effet pelliculaire (ou plus rarement effet Kelvin) est un phénomène électromagnétique qui fait que, à fréquence élevée, le courant a tendance à ne circuler qu'en surface des conducteurs. Ce phénomène d'origine électromagnétique existe pour tous les conducteurs parcourus par des courants alternatifs. Il provoque la décroissance de la densité de courant à mesure que l'on s'éloigne de la périphérie du conducteur. Il en résulte une augmentation de la résistance du conducteur.

Cet effet peut être pris en compte pour alléger le poids des lignes de transmission à haute fréquence en utilisant des conducteurs tubulaires, ou même des tuyaux, sans perte de courant.

Il est utilisé dans le blindage électromagnétique des fils coaxiaux en les entourant d'un mince étui métallique qui garde les courants induits par les hautes fréquences ambiantes sur l'extérieur du câble. [10]

II.1.5.1. Épaisseur de peau

L'épaisseur de peau détermine, en première approximation, la largeur de la zone où se concentre le courant dans un conducteur. Elle permet de calculer la résistance effective à une fréquence donnée. Dans ce calcul, on néglige la partie réelle devant la partie imaginaire : la conductivité des métaux étant très élevée.

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\omega\mu\sigma}} = \sqrt{\frac{2\rho}{\omega\mu}} = \frac{1}{\sqrt{\sigma\mu\pi f}} \quad (2,23)$$

II.2. Techniques de caractérisation électromagnétique des matériaux :

Il existe Plusieurs techniques de caractérisation des matériaux. Le choix d'une des méthodes dépend de la bande de fréquences que l'on veut couvrir, des paramètres électriques privilégiés, de la précision que l'on cherche à obtenir sur celui-ci, de la rapidité de la méthode ou de sa simplicité, du type du matériau (isolant ou semi-conducteur) et de l'état du matériau à caractériser (gaz, liquide, solide etc.). Les techniques de caractérisation électromagnétique sont généralement de deux types : méthodes résonantes et non résonantes. Les méthodes non résonantes sont globalement utilisées pour obtenir une connaissance générale des caractéristiques électromagnétiques sur une gamme de fréquence, alors que les méthodes résonantes sont utilisées pour préciser les propriétés des matériaux à une seule fréquence ou à des fréquences discrètes différentes.

Il est aussi envisageable de combiner ces deux types de méthodes dans l'objectif de bénéficier des avantages de chaque type et par conséquent on tombe sur une caractérisation précise en plus sur une large bande de fréquence.

Dans n'importe quelle application désirée, le choix de la méthode repose essentiellement sur cet ensemble des critères : ^[12]

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

Chacun de ces facteurs est d'une importance capitale dans le domaine des mesures diélectriques.

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

La mesure des propriétés électromagnétiques implique des mesures de leur permittivité relative complexe (ϵ_r) et perméabilité relative complexe (μ_r).

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

Dans la suite de ce paragraphe, nous présentons l'état de l'art des méthodes les plus populaires et les plus importantes pour les caractérisations des matériaux en haute fréquence.

Ceci nous permettra, par approche critique des techniques existantes, de se faire une idée globale et ainsi de choisir la méthode de mesure la plus appropriée. Les avantages, les inconvénients et les limites de chacune de ces méthodes seront rappelées.

II.2.1. Méthode en capacité parallèle :

La méthode capacitive à plaque parallèle est la plus couramment utilisée pour la caractérisation des matériaux à basse fréquence, typiquement inférieure à 100 MHz. L'échantillon à caractériser généralement a la forme circulaire ou rectangulaire et est placée entre deux plaques qui constituent la cellule de mesure (Figure 2-11)

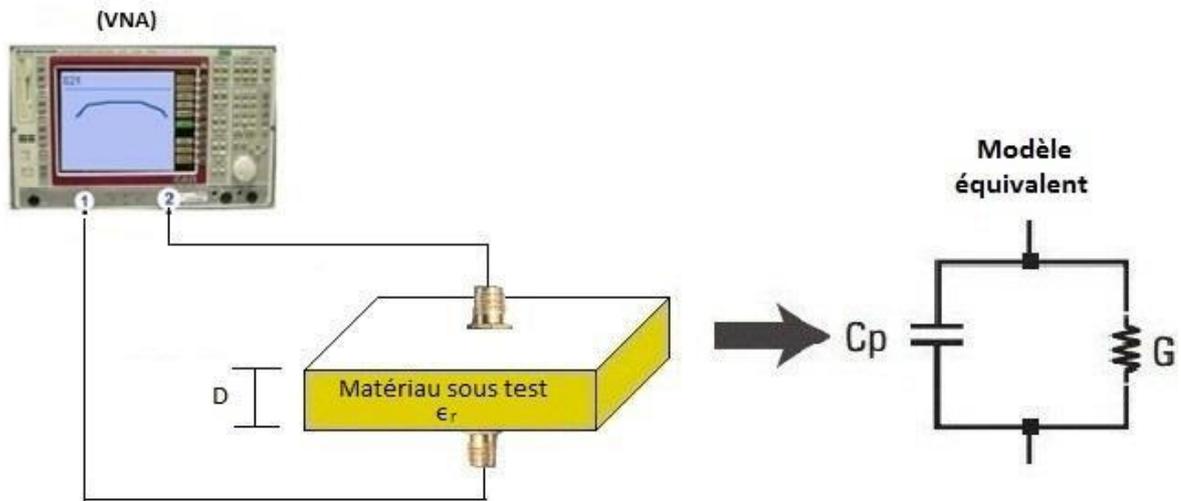


Figure 2-11. Schéma du système de mesure en capacité parallèle et le modèle équivalent à la cellule de mesure.

La figure 2-11 montre le modèle utilisé pour relier la partie réelle de permittivité (ϵ_r') et la tangente de perte ($\tan(\delta)$) du matériau à tester. La capacité C_p est due à la présence de champ électrique induit dans l'espace entre les deux électrodes, alors que la conductance G est due aux pertes du matériau. Ces deux paramètres peuvent être mesurés en utilisant un RLC mètre. Pour l'extraction des propriétés diélectriques, on a :

$$\epsilon_r' = \frac{D \cdot C_p}{S \cdot \epsilon_0} \quad (2,24)$$

$$\epsilon_r'' = \frac{D}{\omega R_p A \epsilon_0} \quad (2,25)$$

Avec

$$C_p = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{S}{D} \quad (2,26)$$

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

Le problème principal rencontré lors de l'utilisation des techniques capacitives est la présence de l'espace d'air, ce qui peut influencer de manière significative la valeur de la capacité mesurée. Les espaces d'air à l'interface électrode-matériau ou entre les couches de matériau introduisent des erreurs importantes de la capacité mesurée [14].

Une attention particulière doit également être accordée à la diffusion qui se produit parfois quand un matériau est mis en contact avec le métal [15].

II.2.2. Méthodes guidées :

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

Il existe dans la littérature un nombre important de structures propagatrices permettant la transmission des ondes électromagnétiques [16]. En général, ces structures peuvent être utilisées pour la caractérisation des matériaux. On distingue la cellule de mesure en guide d'onde rectangulaire et la cellule en ligne de transmission coaxiale.

Le principe général de ces techniques est basé sur la mesure des paramètres S équivalents aux coefficients de réflexion et de transmission au niveau de la cellule de mesure en présence du matériau à tester. La mesure du signal réfléchi (S_{11}) et de signal transmis (S_{21}), permet théoriquement de remonter à la permittivité complexe du matériau à caractériser [17].

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

Les avantages des méthodes guidées sont :

- Les lignes coaxiales et guides d'ondes sont couramment utilisés pour mesurer les échantillons à grande perte et à perte moyenne.
- Elles peuvent être utilisées pour déterminer à la fois la permittivité et la perméabilité du matériau testé. C'est une technique large bande si la cellule est une ligne de transmission et elle est bande étroite si l'on utilise un guide d'onde.

Les inconvénients des méthodes guidées sont :

- La précision des mesures est limitée par les effets d'espace d'air
- La préparation des échantillons est relativement difficile [18].

II.2.2.1. Guide d'onde rectangulaire :

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

La mesure s'effectue en plaçant l'échantillon à caractériser dans une section de guide d'onde. Ensuite, à partir des valeurs des paramètres de diffraction complexes (transmission/réflexion) mesurées par un analyseur de réseau vectoriel on calcule les propriétés électromagnétiques (ϵ_r , μ_r) (Figure 2-12)

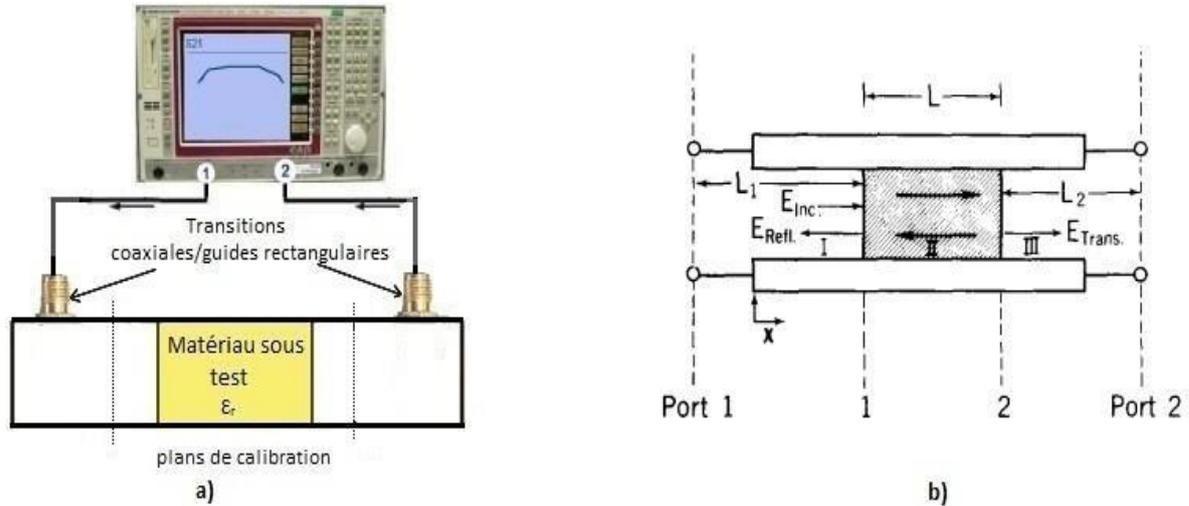


Figure 2-12 : a) Schéma d’un banc d’essai, b) Un échantillon diélectrique dans une ligne de transmission et les distributions de champ électrique incident (inc) et réfléchis (refl) dans les régions I, II et III. Port 1 et port 2 indiquent les positions du plan de calibration [20].

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

$$f_{mn} = \frac{v}{2} \sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2} \quad (2,27)$$

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

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

II.2.2.2. Câble coaxial :

Dans cette méthode, le matériau est inséré à l’intérieur de la ligne coaxiale, la caractérisation simultanée de la permittivité et de la perméabilité complexe s’effectue sur la bande de fréquence où se propage le mode fondamental TEM (Figure 2-13).

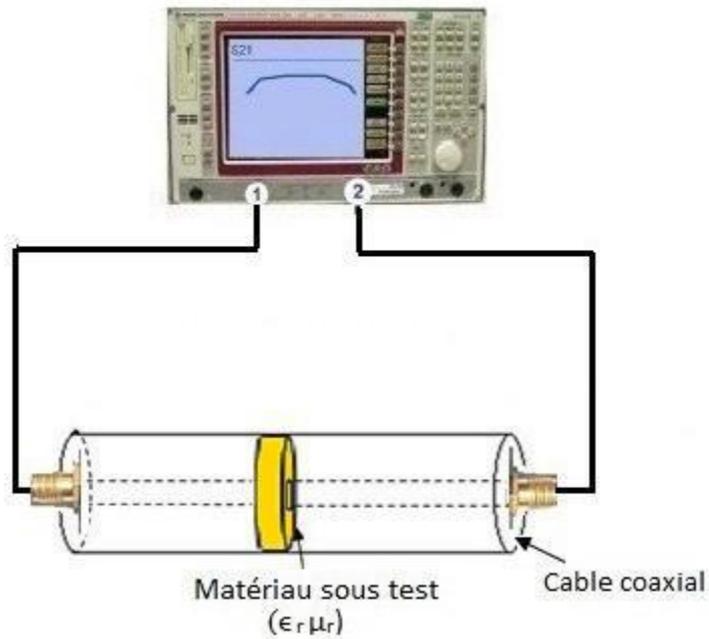


Figure 2-13 : Schéma de mesure en câble coaxiale.

Pour le mode TEM, la perméabilité relative complexe et la permittivité peuvent être trouvées comme [21] :

$$\epsilon_r = \frac{Z_0 \gamma \lambda}{j Z_s 2\pi} \quad (2,28)$$

$$\mu_r = \frac{Z_s \gamma \lambda}{j Z_0 2\pi} \quad (2,29)$$

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

$$\gamma l = \cosh^{-1} \left(\frac{1 - s_{11}^2 + s_{21}^2}{2s_{21}} \right) \quad (2,30)$$

Où l est l'épaisseur de l'échantillon.

II.2.3. Méthode de mesure en sonde coaxiale :

C'est l'une des techniques les plus commodes et fréquemment utilisée pour mesurer les matériaux à pertes surtout les matériaux liquides et les tissus biologiques en micro-onde et en haute fréquence [21,22].

Elle est constituée d'une ligne coaxiale équipée d'une sonde plaquée contre le matériau sous test (Figure 2-14). Les grandeurs recherchées ϵ_r' et ϵ_r'' sont directement liées au coefficient de réflexion Γ mesuré à l'entrée de la sonde [23].

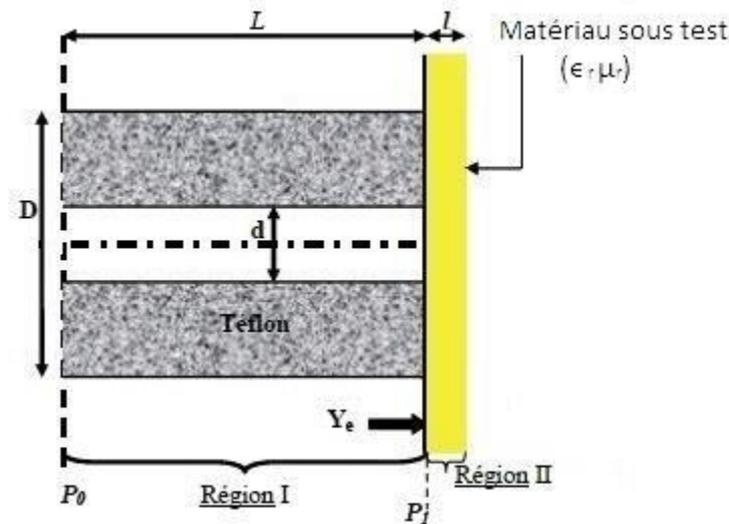


Figure 2-14 : Sonde coaxiale.

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

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

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

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

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

II.2.4. Méthode en cavité résonante :

La méthode en cavité résonante est largement utilisée dans la mesure des propriétés électromagnétiques (ϵ_r, μ_r). Elle est très pratique pour les mesures diélectriques et des tangentes de perte sur une large plage de valeurs [24].

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

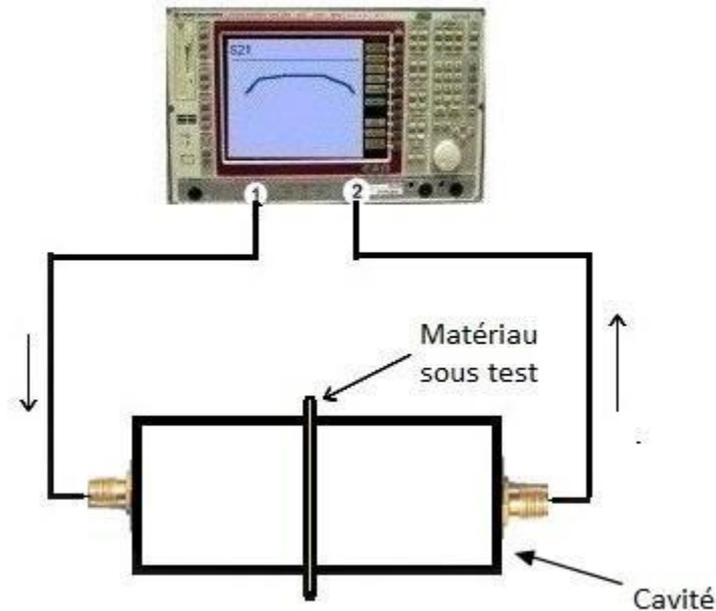


Figure 2-15 : Schéma de mesure en cavité.

Les dimensions sont déterminées selon la fréquence d'opération.

Le principe de mesure est basé sur le décalage de la fréquence de résonance et le facteur de qualité (rapport de l'énergie emmagasinée sur l'énergie dissipée) de la cavité, provoqué à l'insertion d'un matériau à l'intérieur de celle-ci (Figure 2-15).

L'analyse des résonances (fréquence et coefficient de qualité) à partir des coefficients de réflexion S_{11} ou de transmission S_{21} , permet dans l'approximation de faible perturbation, de déterminer la permittivité complexe (ϵ_r) et la perméabilité (μ_r) de l'échantillon (voir la méthode des perturbations) [25].

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

Les avantages de la méthode en cavité résonante sont :

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

Les inconvénients de la méthode en cavité résonante sont :

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

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

II.2.5. Méthode en espace libre :

La technique de l'espace libre est relativement ancienne. Plusieurs travaux ont été menés détaillant la méthode [26]. Elle est basée sur la mesure des coefficients de réflexion et de transmission (S_{11} et S_{21}) à l'aide d'un analyseur de réseau vectoriel dont on déduit les permittivités et les perméabilités complexes [27]. Le modèle simple utilisé consiste en une lame plane à faces parallèles éclairée par une onde plane et placé entre une antenne d'émission et une antenne de réception (Figure 2-15)

D'autre part, les mesures en réflexion sont également possibles en espace libre [28].

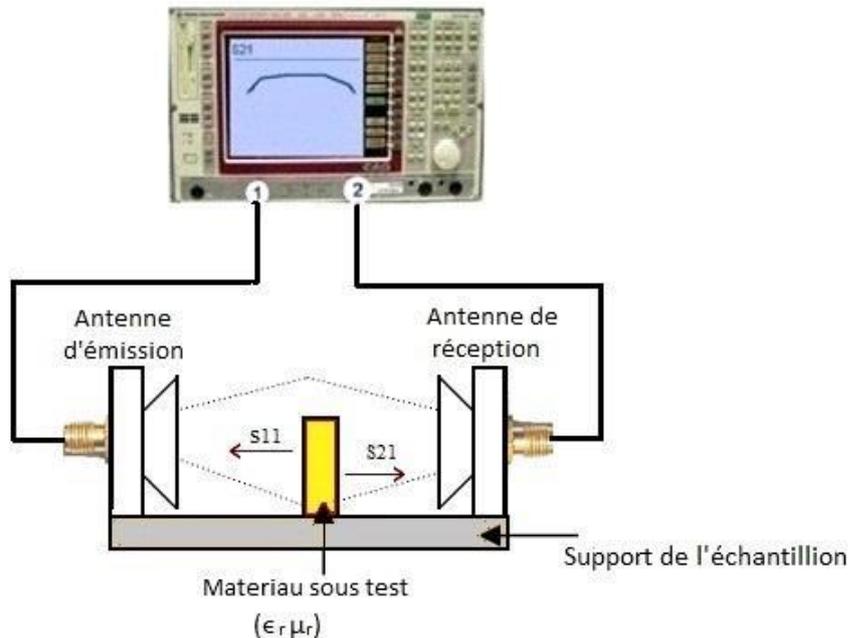


Figure 2-16 : Schéma de mesure en espace libre.

Pour la méthode en espace libre, la mesure des coefficients de réflexion et de transmission est réalisée sans contact physique avec l'échantillon, ce qui est préférable pour les matériaux minces et plats. On peut réaliser des mesures large bande de 50 MHz à 30 GHz en changeant les antennes [29]. En pratique, les imprécisions des mesures sont principalement dues aux effets de diffraction sur les bords de l'échantillon et aux réflexions multiples entre les deux cornets via la surface de l'échantillon [30,31].

Les avantages de la méthode en espace libre sont :

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

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

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

II.2.6 Etude comparative des différentes méthodes :

Dans le tableau (2-2), nous résumons les différentes méthodes utilisées pour la caractérisation des matériaux et abordées dans ce chapitre.

Technique de mesure	Paramètres mesurés	Avantages	Inconvénients
1. Capacité parallèle	ϵ_r	<ul style="list-style-type: none"> • adaptée aux échantillons de surface fines et plates • haute précision • convient pour les matériaux à fortes pertes • Les mesures sont relativement faciles 	<ul style="list-style-type: none"> • limité à la bande basses fréquences • les espaces d'air sont de grandes sources d'erreurs
2. Guide d'onde	ϵ_r et μ_r	<ul style="list-style-type: none"> • haute fréquence • convient aux mesures des échantillons solides et liquides 	<ul style="list-style-type: none"> • la préparation des échantillons est relativement difficile
3. Sonde coaxiale	ϵ_r	<ul style="list-style-type: none"> • mesure en large bande de fréquences • meilleur pour les liquides ou les semi-solides • préparation des échantillons • matériau isotrope et homogène • haute précision pour les matériaux à forte pertes 	<ul style="list-style-type: none"> • étalonnages répétitifs • les espaces d'air représentent grandes sources d'erreurs
4. Cavité résonante	ϵ_r et μ_r	<ul style="list-style-type: none"> • idéale pour les matériaux à faibles pertes • adaptée aux matériaux solides et liquides • méthode la plus précise • aucune procédure d'étalonnage répétitif • possibilité de mesure à haute température 	<ul style="list-style-type: none"> • mesure à fréquence unique (fréquence de résonance) • convient aux échantillons de petite dimension

5. Espace libre	ϵ_r et μ_r	<ul style="list-style-type: none"> • mesure large bande • sans contact •préparation facile des échantillons •précision moyenne pour grande et faible pertes •idéal pour les échantillons grands et solides • utile à haute température 	<ul style="list-style-type: none"> •problème de diffraction aux bords de l'échantillon • limité par la taille de l'échantillon
-----------------	-------------------------	--	--

Tableau 2-2 : Une comparaison générale des techniques de mesures abordées dans ce chapitre.

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

II.3. Méthodes de conversion

Il existe différentes approches pour obtenir la permittivité et la perméabilité à partir des s-paramètres. Le tableau (2-3) donne un aperçu des méthodes de conversion utilisant différents ensembles de s-paramètres pour déterminer les propriétés diélectriques [40].

Conversion techniques	S-parameters	Dielectric properties
NRW	S11, S21, S12, S22 or S11, S21	ϵ_r, μ_r
NIST iterative	S11, S21, S12, S22 or S11, S21	$\epsilon_r, \mu_r = 1$
New non-iterative	S11, S21, S12, S22 or S11, S21	$\epsilon_r, \mu_r = 1$
SCL	S11	ϵ_r

Tableau 2-3 : Méthode de conversion.

II.3.1. Méthode Nicholson-Ross-Weir (NRW)

La méthode Nicholson-Ross-Weir (NRW) est, depuis plus de quarante ans, une technique standard pour mesurer la permittivité et la perméabilité de matériaux homogènes et isotropes. La méthode est robuste à la plupart des sources d'erreurs expérimentales courantes et utilise des expressions à forme fermée pour les propriétés souhaitées des matériaux, qui sont calculées à partir des paramètres S mesurés. Récemment, la méthode NRW a également été appliquée à des matériaux manufacturés, notamment des composites polymères avec des inclusions magnétiques, mais aussi des matériaux techniques plus exotiques tels que des films de nanotubes de carbone et des diélectriques composites en couches. L'utilisation de la méthode NRW comme méthode d'homogénéisation des métamatériaux et d'étude des éléments des métamatériaux est particulièrement intéressante. [38]

- **Avantages**

- Rapide, non-iterative.
- Applicable aux guides d'ondes, à la ligne coaxiale et espace libre.

- **Inconvénients**

- Divergence à des fréquences correspondant à des multiples d'une demi-longueur d'onde,
- Un échantillon court doit être utilisé,
- Ne convient pas aux matériaux à faible perte.

II.3.2. Méthode NIST

Dans cette méthode, un échantillon toroïdal du matériau testé est usiné avec précision aux dimensions de la conduite d'air et positionné à l'intérieur de la conduite. Les paramètres de diffusion de la ligne de transmission, à la fois réfléchis et transmis, sont ensuite mesurés sur une large gamme de fréquences, généralement au moyen d'un analyseur automatique de réseau (ANA). Les données sur la permittivité relative complexe et la perméabilité, sont dérivées des données mesurées des paramètres de diffusion en utilisant divers algorithmes de réduction disponibles [39]

- **Avantages**

- Résultats de permittivité en douceur, pas de divergence,
- Précision,
- La longueur arbitraire des échantillons peut être utilisée,
- Robuste pour les matériaux à faible perte et à perte élevée.

- **Inconvénients**
 - Applicable pour la mesure de la permittivité uniquement,
 - Besoin de deviner la valeur de permittivité initiale.

II.3.3. Nouvelle méthode non itérative

Cette méthode est assez similaire à la méthode NRW mais avec une formulation différente et convient au calcul de la permittivité pour une perméabilité $\mu_r = 1$. Elle utilise les quatre paramètres (S_{11} , S_{21} , S_{12} , S_{22}) ou seulement deux paramètres (S_{11} , S_{21}) de l'échantillon à tester pour calculer les coefficients de réflexion et de transmission. La méthode a l'avantage d'être stable sur toute une gamme de fréquences pour une longueur d'échantillonnage arbitraire. La méthode est basée sur une version simplifiée de la méthode NRW et aucune divergence n'est observée à des fréquences correspondant à des multiples d'une demi-longueur d'onde dans l'échantillon. Il n'a pas besoin d'une estimation initiale de la permittivité et peut effectuer le calcul très rapidement. Les précisions sont comparables à la méthode itérative. La méthode utilise une formulation partiellement différente de la méthode NRW et elle peut être facilement étendue à d'autres échantillons de mesure, par exemple des lignes à microbandes ou des lignes coplanaires. La permittivité et la perméabilité apparaissent dans l'expression des paramètres électromagnétiques effectifs. Les paramètres électromagnétiques effectifs représentent un mode de propagation. En comparant la méthode avec les méthodes itératives NRW et NIST, il n'y a pas de divergences à des fréquences correspondant à des multiples entiers d'une demi-longueur d'onde dans l'échantillon et la précision de la permittivité obtenue est similaire à la méthode itérative NIST. Il n'y a pas de suppositions initiales nécessaires et le résultat peut être obtenu très rapidement. ^[40]

- **Avantages**
 - Résultats de permittivité en douceur, pas de divergence,
 - Précision,
 - La longueur arbitraire des échantillons peut être utilisée,
 - Rapide, non itérative,
 - Aucune estimation initiale nécessaire.
- **Inconvénients**
 - Applicable pour la mesure de la permittivité uniquement.

II.3.4. Méthode de ligne de court-circuit (SCL)

Est une mesure à un port sur un câble coaxial des lignes ou des guides d'ondes. Il effectue le calcul en utilisant le même modèle de Newton-Raphson approche numérique comme dans la méthode itérative du NIST et convient à la permittivité calcul seulement. Il n'utilise que le paramètre S11 de MUT pour calculer la réflexion coefficient. La méthode nécessite une bonne estimation initiale afin d'obtenir un résultat. La méthode nécessite également la saisie de la longueur et de la position de l'échantillon pour obtenir un résultat précis. ^[40]

- **Avantages**

- Résultats de permittivité en douceur, pas de divergence.
- Précis.
- La longueur arbitraire des échantillons peut être utilisée.
- Pour les mesures à large bande, il est préférable d'utiliser des échantillons longs pour les matériaux à faible perte.

- **Inconvénients**

- Besoin de deviner.
- Itératif.
- Besoin d'une longueur d'échantillon précise.

II.4. Analyseur de réseaux :

L'analyseur de réseaux est un appareil de mesure très répandu dans le domaine des hyperfréquences (gamme de fréquences comprise entre 1 et 100GHz). Il permet de mesurer les paramètres S d'un multi-pôle, qu'il soit actif ou passif, Il existe deux grandes familles d'analyseurs de réseaux : les analyseurs de réseaux scalaires qui mesurent uniquement le module des paramètres S et les analyseurs de réseaux vectoriels qui mesurent également leur phase. La technologie utilisée est alors différente et implique une grande différence de coût.

Les analyseurs de réseaux sont des dispositifs électroniques permettant la caractérisation des composants utilisés dans les circuits hyperfréquences, comme par exemple les amplificateurs, les atténuateurs, les câbles... Tout appareil ayant un impact sur le signal émis ou reçu. Il existe deux types d'analyseurs de réseaux : scalaire et vectoriel.



Figure 2.17: Analyseur de réseau scalaire.

L'analyseur de réseaux scalaire mesure la réponse en amplitude relativement à la fréquence du signal émis par la source. Son mode de fonctionnement est basé sur une diode détectrice, ce qui a pour inconvénient la perte d'informations sur la phase du signal.

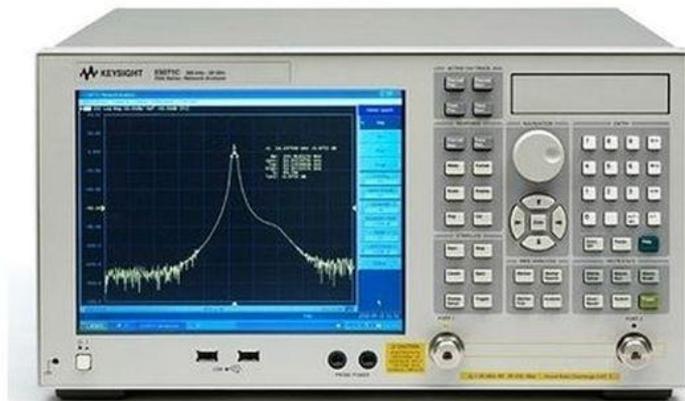


Figure 2.18 : Analyseur de réseau vectoriel.

L'analyseur de réseaux vectoriel dispose d'un phasemètre et peut donc mesurer le module et la phase du signal transmis.

II.4.1 paramètres S :

Les paramètres S sont une matrice complexe qui montre les caractéristiques de réflexion/transmission (amplitude/phase) en domaine des fréquences. Ce type d'équipement d'essai est appelé "Stimulus/Réponse" et s'applique à la fois au vectoriel Analyseur de réseau (VNA) et réflectomètres à domaine temporel (TDR).

Un appareil à deux ports possède quatre paramètres S. La convention de numérotation des paramètres S est que le premier Le numéro qui suit le "S" est le port où le signal émerge, et le second numéro est le port où le signal est appliqué. S21 est donc une mesure du signal sortant du port 2 par rapport au stimulus RF entrant port 1. Lorsque les numéros sont identiques (par exemple, S11), in indique une mesure de réflexion, comme l'entrée et Les ports de sortie sont les mêmes.

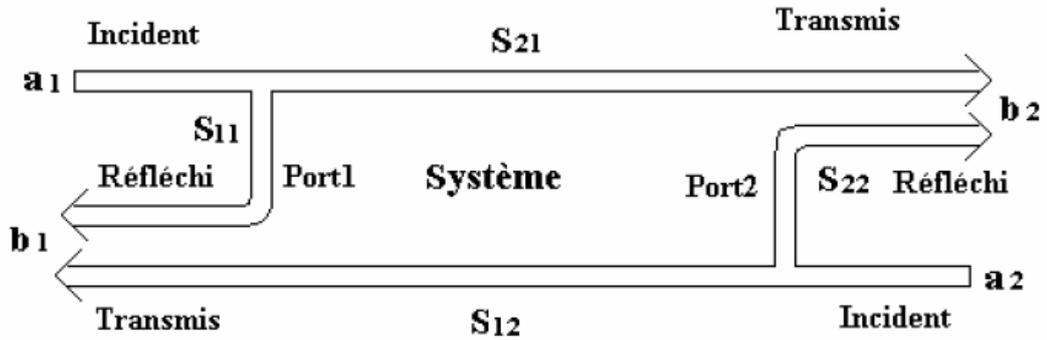


Figure 2.19 : Schéma représentatif des paramètres S et des ondes d'un quadripôle.

Ce quadripôle nous permet de définir les relations suivantes, le liant aux ondes qui le traversent :

$$b_1 = S_{11}a_1 + S_{12}a_2 \quad (2,31)$$

$$b_2 = S_{21}a_1 + S_{22}a_2 \quad (2,32)$$

Avec :

- S_{11} : coefficient de réflexion à l'entrée lorsque la sortie est adaptée.
- S_{12} : coefficient de transmission inverse lorsque l'entrée est adaptée.
- S_{21} : coefficient de transmission direct lorsque la sortie est adaptée.
- S_{22} : coefficient de réflexion à la sortie lorsque l'entrée est adaptée.

Chapitre III :
Expérimentation et
Résultats

Introduction :

Notre travail consiste à mener une caractérisation électromagnétique d'échantillons de matériaux nanocomposites à base de poudre de Fer nanostructurée par broyage mécanique dans l'objectif de déterminer la permittivité diélectrique relative, la perméabilité magnétique relative et les pertes en réflexion. Pour cela la technique des lignes de transmission utilisant un guide d'ondes métallique à bande X (8- 12.5 GHz) a été utilisée.

III.1. Procédure de mesure :

La mesure s'effectue en plaçant l'échantillon à caractériser dans une section du guide d'onde. Reliées à un analyseur de réseaux (VNA).

On a utilisé le logiciel Matlab pour simuler les calculs de la méthode NRW et comparer les résultats de chaque échantillon.

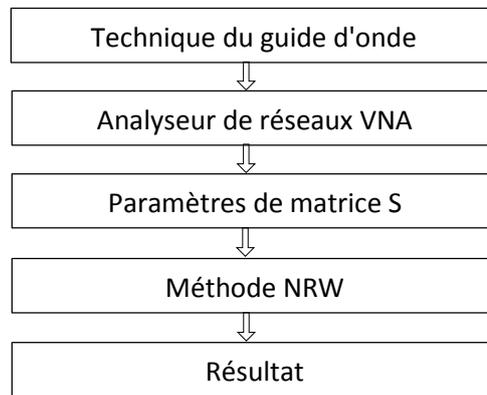


Figure 3.1 : Etapes pour la détermination des propriétés électromagnétiques.

III.1.1 Application du Méthode Nicholson-Ross-Weir (NRW) :

Les paramètres de réflexion S_{11} et S_{21} pour une fréquence donnée f sont liés aux coefficients de réflexion R et de transmission T par les équations suivantes :

$$S_{11} = \frac{R(1 - T^2)}{1 - R^2T^2} \quad (3.1)$$

$$S_{21} = \frac{T(1 - R^2)}{1 - R^2T^2} \quad (3.2)$$

Donc :

$$R = k \pm \sqrt{K^2 - 1} \quad (3.3)$$

Où le signe \pm est choisi pour que $|R| < 1$

$$K = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}} \quad (3.4)$$

$$T = \frac{S_{11} + S_{21} - R}{1 - (S_{11} + S_{21})R} \quad (3.5)$$

$$\sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} = \frac{1 + R}{1 - R} \quad (3.6)$$

La constante de propagation γ est reliée à la permittivité et la perméabilité complexe avec l'équation suivante :

$$\gamma = \gamma_0 \sqrt{\mu \varepsilon} \quad (3.7)$$

On peut donc écrire les équations de ε et μ comme :

$$\varepsilon = \frac{\gamma}{\gamma_0} \left(\frac{1 - R}{1 + R} \right) \quad (3.8)$$

$$\mu = \frac{\gamma}{\gamma_0} \left(\frac{1 + R}{1 - R} \right) \quad (3.9)$$

Le coefficient de transmission T dans une plaque homogène est :

$$T = e^{-\gamma d} \quad (3.10)$$

Où d est l'épaisseur de la plaque.

En inversant (3.10) :

$$\gamma = \frac{\ln(1/T)}{d} \quad (3.11)$$

Les équations des pertes diélectriques et magnétiques :

$$\delta_e \approx \tan \delta_e = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (3.12)$$

$$\delta_m \approx \tan \delta_m = \frac{\mu''}{\mu'} \quad (3.13)$$

III.2. Les Paramètres de la matrice S mesurés :

III.2.1. Les Paramètres de la matrice S mesurés à vide :

La Figure (3-2) illustre les spectres des paramètres S_{ij} mesurés à vide (sans présence d'échantillons de matériaux). On considère les spectres des modules de paramètres S dans la bande micro-ondes X (8 – 12 GHz). La mesure à vide est une étape importante utilisée pour le calibrage de l'analyseur de réseaux. Dans cette étape l'onde électromagnétique se propage dans l'air libre dont on connaît les propriétés électromagnétiques (milieu de propagation à faibles pertes : $\epsilon_r = 1, \mu_r = 1$).

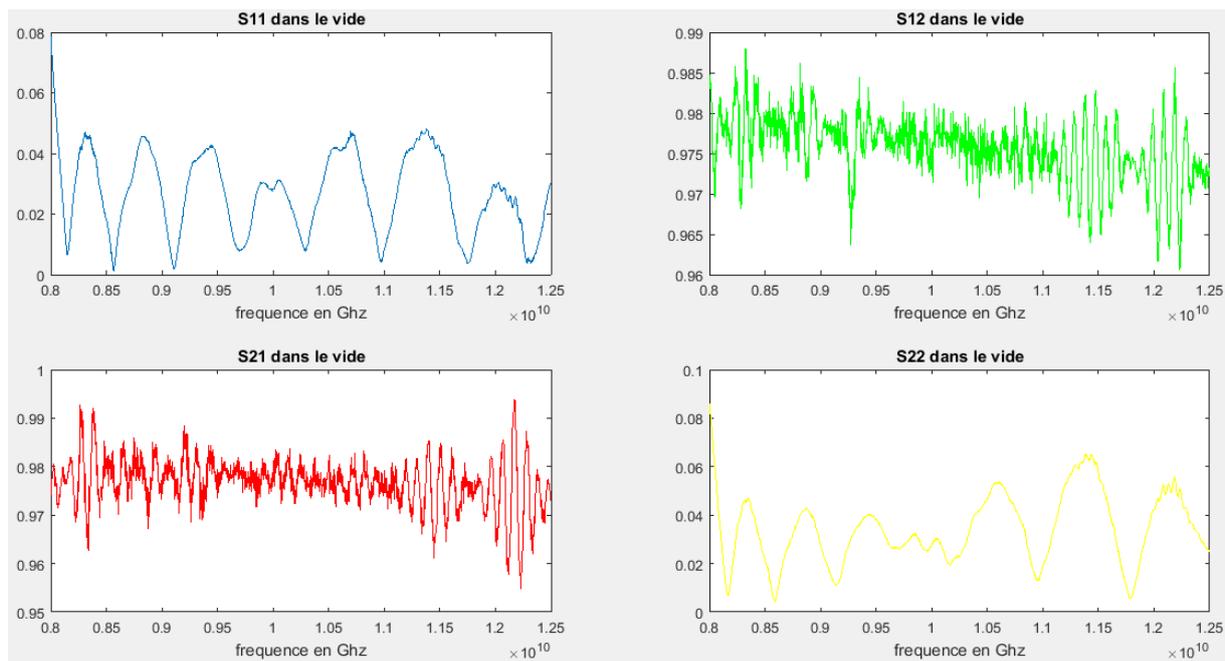


Figure (3-2) : Spectres des paramètres S_{ij} mesurés à vide.

Le paramètre S_{11} est une mesure de réflexion à vide au port 1 du réseau micro-ondes. Le module du paramètre S_{11} varie entre 0.000965 et 0.078, (-30.15 à -11.07dB) exprimant une intensité de réflexion presque nulle à vide (de 0.0965% à 7.8% de l'onde incidente) parce que l'onde électromagnétique se propage dans le vide sans réflexion. L'intensité de réflexion observée dans cette mesure est due aux imperfections du montage.

Le paramètre S_{21} exprime la transmission du port 1 au port 2 à vide. Il varie entre 0.9939 et 0.9548 (-0.027 à -0.020dB) exprimant une intensité de transmission comprise entre 99.39% et 95.48% de l'onde incidente. Le paramètre S_{12} exprime à son tour la transmission du port 2 au port 1 à vide, son intensité est comprise entre 0.988 et 0.9606 (-0.052 à -0.174dB), il est presque identique au paramètre S_{21} , et on qualifie le réseau de réciproque. La réciprocité du réseau exprime un transfert énergétique interne identique dans les deux sens.

Le paramètre S_{22} est une mesure de réflexion à vide effectuée au port 2, on constate qu'il varie de 0.0042 à 0.0861 (-10.64 à -23.76 dB). Le paramètre S_{22} est quasi- identique au

paramètre S_{11} et on peut dire que le réseau est symétrique. La symétrie électrique signifie que les propriétés électriques seront identiques lorsqu'on inverse l'entrée et la sortie.

Les paramètres S_{21} et S_{12} renseignent d'une transmission (supérieure à 95.48%) à vide et les paramètres de réflexion S_{11} et S_{22} indique une faible réflexion aux deux ports (inferieur a 8%) à vide

III.2.2. Les Paramètres de la matrice S avec des échantillons :

Dans ce qui suit, on considère une série de trois échantillons de matériau nanocomposites réalisés à base de résine renforcée par de la poudre de Fer nanostructurées par broyage mécanique à haute énergie. Les trois échantillons diffèrent par la durée de broyage (1h, 12h et 36h). Chaque durée de broyage induit une microstructure qui lui est propre.

III.2.2.1. Echantillon 1 : nanocomposite à base de poudre de fer nanostructurée (1h de broyage)

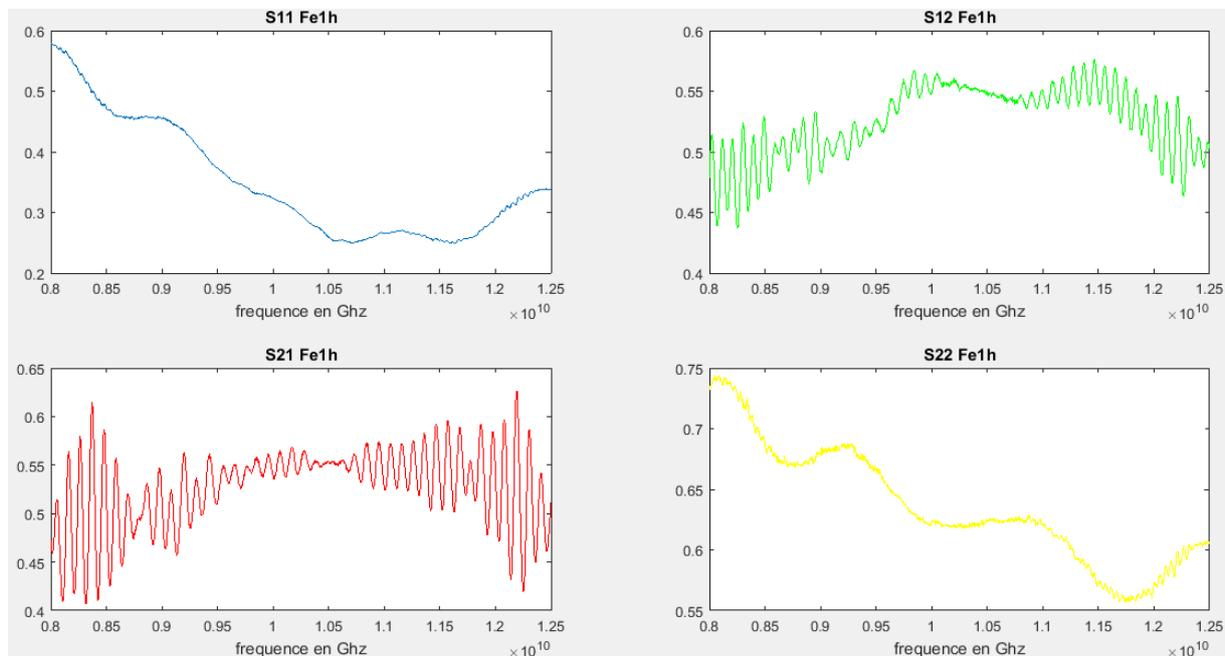


Figure (3-3) : Spectres des paramètres S_{ij} mesurés pour un nanocomposite à base de poudre de fer nanostructurée (1h de broyage).

La mesure de réflexion au niveau du port 1 représentée par le paramètre S_{11} pour l'échantillon de matériau nanocomposite correspondant à 1h de broyage varie entre 0.2489 et 0.5786 (-6.03dB à -2.37dB) exprimant une variation de l'intensité de réflexion entre 24.89% et 57.86% sur la bande [8- 12 GHz]. La mesure de réflexion S_{22} au port 2 (deuxième face de l'échantillon de matériau) indique une intensité de réflexion plus importante comprise entre 55.66% et 74.39%. On constate que l'intensité de réflexion au niveau des deux ports a augmenté de manière considérable comparativement à la mesure à vide à cause de la présence de la poudre métallique de fer qui charge la matrice de résine époxy. Les paramètres S_{11} et S_{22} ne sont plus

identiques à cause des défauts de manipulation et/ou de fabrication manuelle des échantillons (un vibreur automatique est nécessaire lors de la fabrication pour assurer une dispersion uniforme des poudres dans la résine). En conséquence les deux faces de l'échantillon de matériau ne sont pas structurellement (typologiquement) identiques ce qui induit une asymétrie électrique.

Le spectre du paramètre S21 renseignant sur l'intensité de transmission du port 1 vers le port 2 varie de 40,72% jusqu'à 62.63%, tandis que le paramètre S12 indique une intensité de transmission du port 2 vers port 1 comprise entre 43.71% et 57.62%. L'intensité de transmission dans les deux sens a diminué comparativement au résultat des tests à vide. Il s'agit d'une propagation dans un milieu matériel à propriétés différentes de celles du vide.

III.2.2.2. Echantillon 2 nanocomposite à base de poudre de fer nanostructurée (12h de broyage)

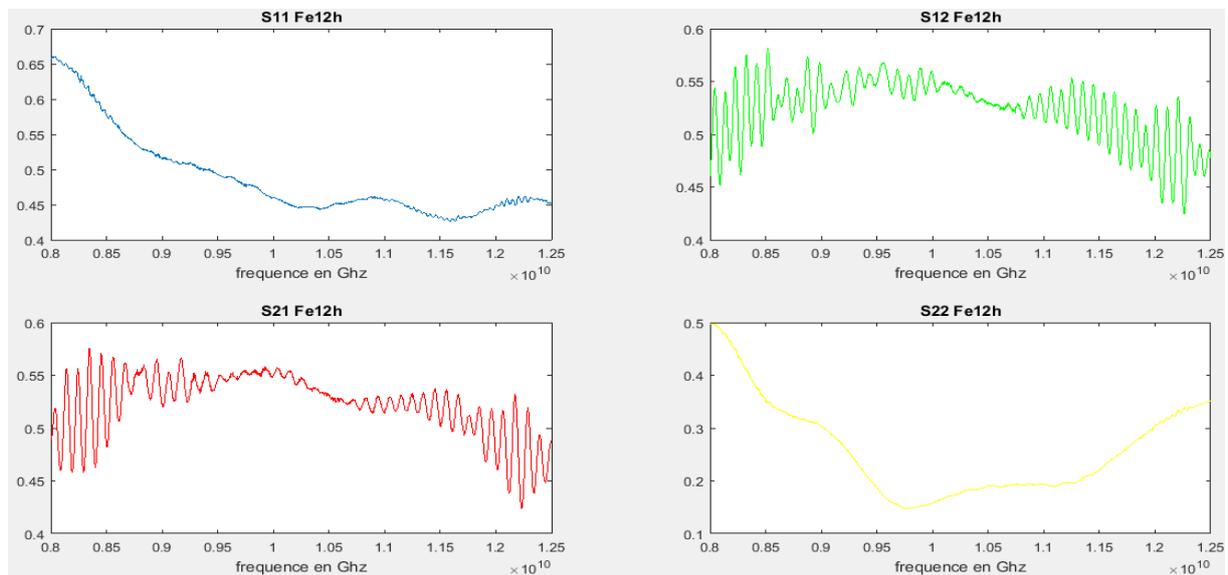


Figure (3-4) : Spectres des paramètres S_{ij} mesurés pour un nanocomposite à base de poudre de fer nanostructurée (12h de broyage).

Dans la troisième étape, on introduit dans la cellule de mesure un échantillon nanocomposite à base de poudre de fer nanostructurée pendant 12h de broyage mécanique. Les spectres enregistrés par l'analyseur de réseaux montrent pour le spectre du paramètre S11 une variation de l'intensité de réflexion comprise entre 42.55% et 66.04% au niveau du port 1 (première surface du matériau) et pour le spectre du paramètre S22 l'intensité de réflexion au niveau du port 2 (deuxième surface du matériau) varie entre 14.79% et 49.89%.

Les spectres des paramètres S21 et S12 ont montré à leur tour une variation presque similaire à celle des spectres de l'échantillon1. Toutes les modifications apparues dans les

paramètres S sont liées aux modifications structurales que subissent la poudre broyées durant 1h et 12h respectivement.

III.2.2.3. Echantillon 3 : nanocomposite à base de poudre de fer nanostructurée (36h de broyage)

Dans la dernière étape, on place dans la cellule de mesure un échantillon nanocomposite à base de poudre de fer nanostructurée pendant 36h de broyage mécanique et enregistre de nouveaux spectres de la matrice S par l'analyseur de réseaux.

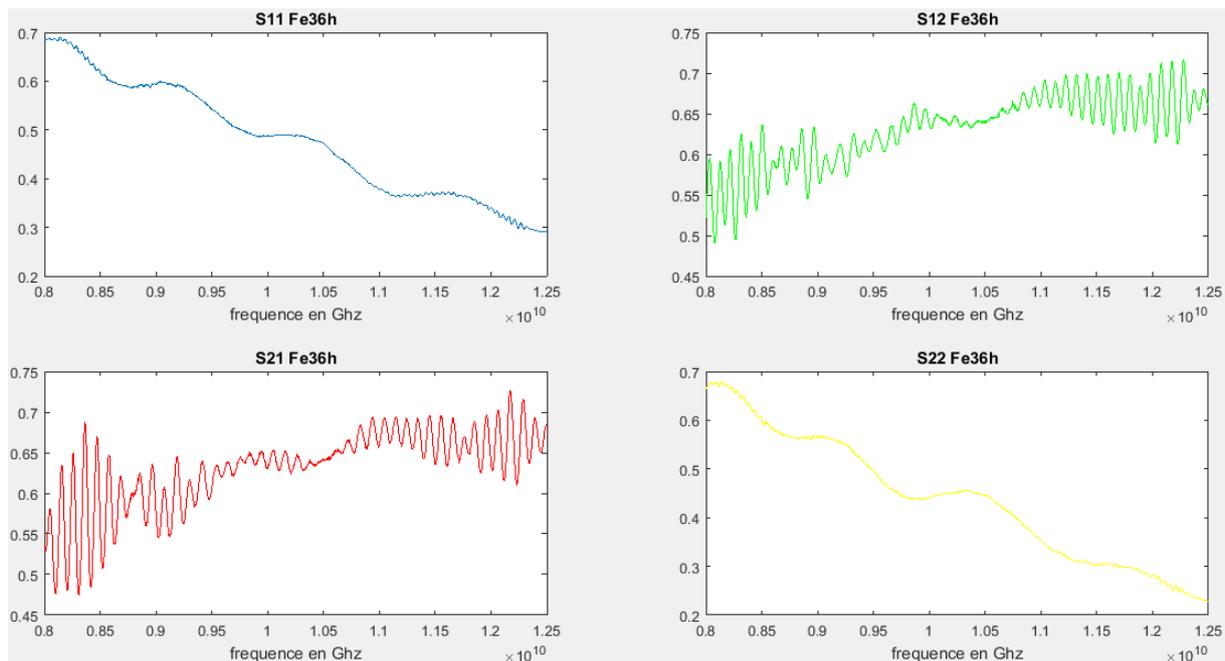


Figure (3-5) : Spectres des paramètres S_{ij} mesurés pour un nanocomposite à base de poudre de fer nanostructurée (36h de broyage).

Le spectre du paramètre S11 montre que l'intensité de réflexion au port 1 varie entre 29.01% et 69.06% et diminue avec l'augmentation de la fréquence. Le spectre du paramètre S22 indique que l'intensité de réflexion au port 2 est entre 22.90% et 67.81% et diminue également avec l'augmentation de la fréquence.

Le spectre du paramètre S21 montre que l'intensité de transmission du port 1 vers le port 2 est entre 47.46% et 72.66% et augmente avec l'augmentation de la fréquence, alors que le spectre du paramètre S12 indique que l'intensité de transmission du port 2 vers le port 1 est comprise entre 49.11% et 71.72% et augmente aussi avec l'augmentation de la fréquence. On constate que les spectres des paramètres deviennent plus clairs et adoptent une tendance linéaire en fonction de la fréquence.

III.3. Extraction des paramètres électromagnétiques

Pour l'extraction des paramètres électromagnétiques, nous avons utilisé l'algorithme de Nicholson- Ross- Weir qui est une routine mathématique développée pour convertir les paramètres S enregistrés en paramètres électromagnétiques. Par paramètres électromagnétiques, on sous-entend la permittivité diélectrique ϵ_r ($\epsilon_r' - j\epsilon_r''$) et la perméabilité magnétique μ_r ($\mu_r' - j\mu_r''$) relatives ainsi que la tangente des pertes électrique ($tg\delta_E = \frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'}$) et magnétique ($tg\delta_M = \frac{\mu_r''}{\mu_r'}$).

III.3.1. Permittivité diélectrique relative

La permittivité diélectrique est un paramètre électromagnétique qui caractérise un milieu matériel. Pour un milieu à pertes diélectriques générales, la permittivité diélectrique relative est complexe avec la partie réelle ϵ_r' qui exprime la capacité de stockage d'énergie du milieu matériel, et la partie imaginaire ϵ_r'' qui représente les pertes d'énergie subies par l'onde électromagnétique se propageant dans le milieu matériel.

III.3.1.1. Constante diélectrique

Dans la Figure (3-6) sont illustrés les spectres de la constante diélectriques pour le guide d'ondes à vide et chargés des échantillons de matériaux nanocomposites. Les spectres ont été obtenus en utilisant l'algorithme NRW sous Logiciel Matlab. Pour le test à vide la permittivité diélectrique réelle adopte une tendance constante autour de 1 ($\epsilon_r' \cong 1$), qui correspond à la permittivité diélectrique réelle de l'air.

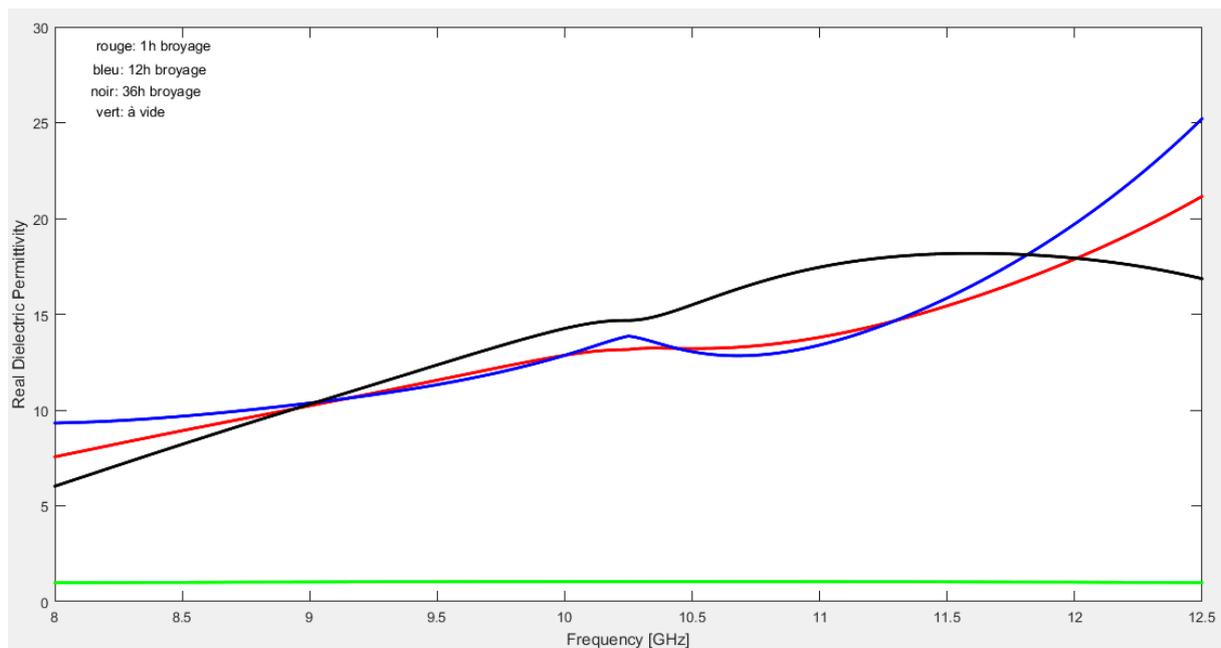


Figure (3-6) : Spectres de la constante diélectrique.

La présence des échantillons de matériaux dans la cellule de mesure fait augmenter la constante diélectrique dans l'ensemble, et on constate que les spectres correspondants s'écartent du spectre à vide. Cette évolution est expliquée par le phénomène de polarisation électrique qui a lieu lorsque l'échantillon de matériau est soumis à un rayonnement électromagnétique. La permittivité diélectrique réelle change pour les différentes durées de broyage parce que ce dernier induit des modifications structurales importantes (taille du grain, microdéformations, maille cristalline) entre les durées de broyage (pour chaque durée de broyage, il s'agit d'un nouveau matériau). L'augmentation du constant diélectrique exprime une meilleure capacité de stockage de l'énergie micro-ondes dans le matériau.

III.3.1.2. Facteur des pertes diélectriques

La Figure (3-7) représente les spectres de la permittivité diélectrique imaginaire appelée facteur des pertes diélectriques. Le spectre de la permittivité diélectrique imaginaire du vide ϵ'' fluctue autour de 0. Cette valeur exprime la propriété de "milieu à faibles pertes" qui caractérise l'air.

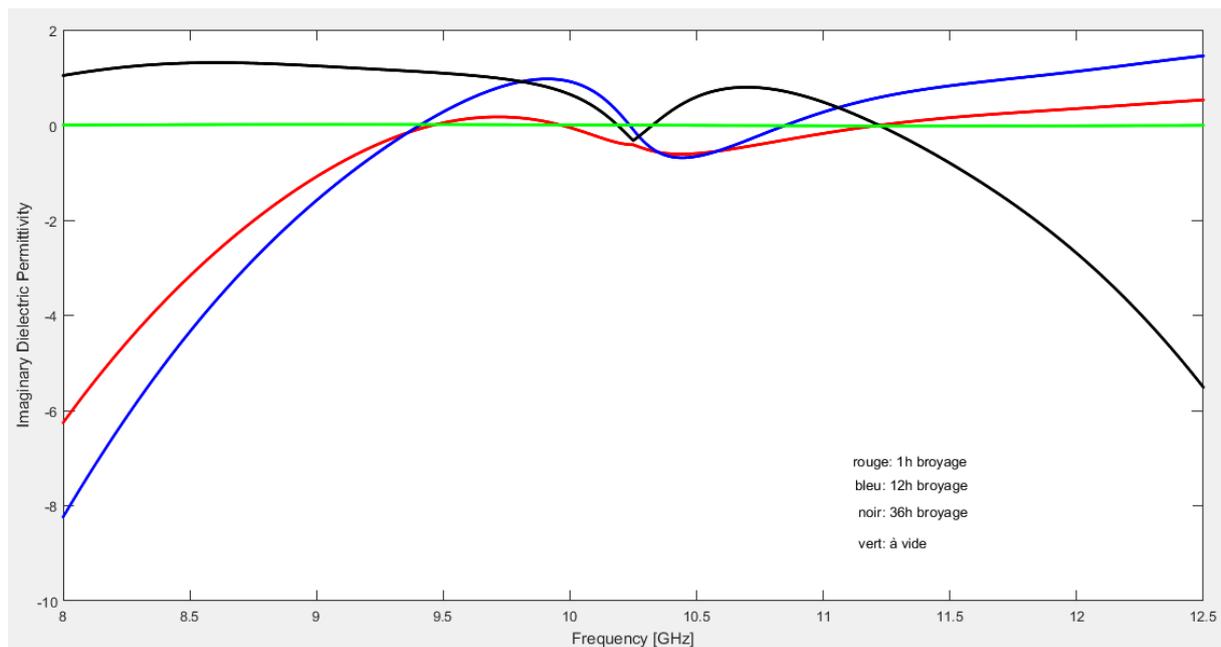


Figure (3-7) : Spectres du facteur des pertes diélectriques.

De même, la présence des échantillons de matériaux dans la cellule de mesure modifie le facteur des pertes diélectriques comparativement à l'air. L'augmentation du facteur de pertes diélectriques s'accorde avec l'augmentation de la capacité de stockage observée dans les spectres de la constante diélectrique.

III.3.1.3. Tangente des pertes diélectriques

Les spectres de la tangente des pertes diélectriques sont donnés par la Figure (3-8). On appelle tangente des pertes diélectriques le rapport du facteur des pertes diélectriques à la constante diélectrique. C'est un paramètre électromagnétique dominé par le facteur des pertes diélectriques (constante diélectrique généralement supérieure à 1), il permet de classer le matériau à étudier (à faibles pertes, à pertes générales, bon conducteur) selon les pertes électriques que subit l'onde électromagnétique en traversant un milieu matériel.

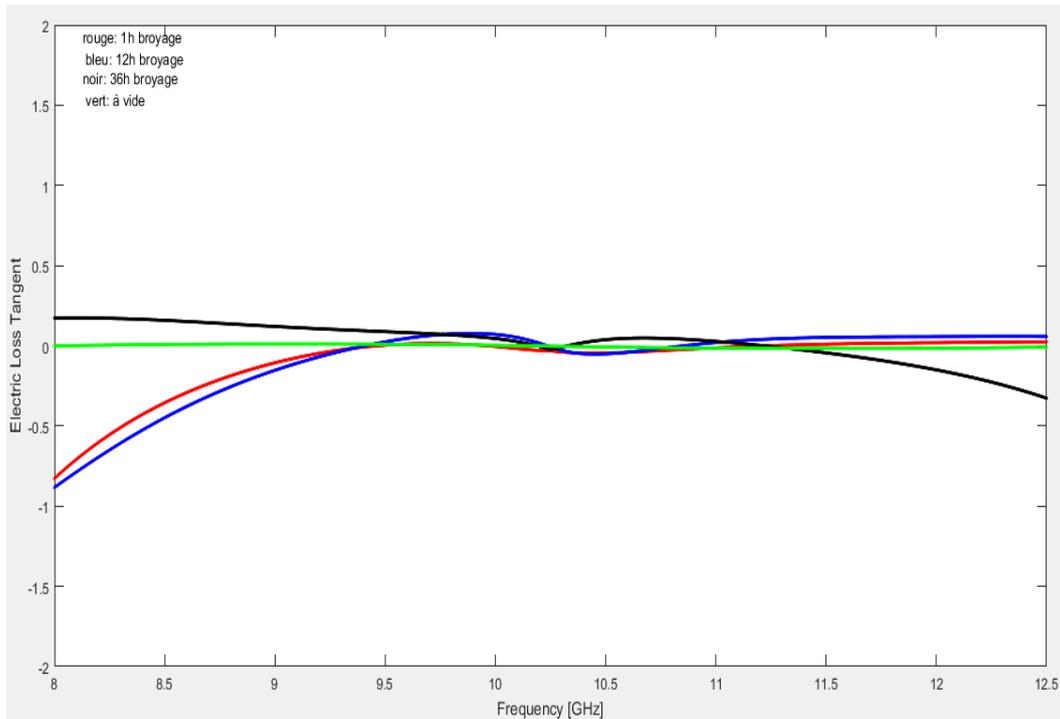


Figure (3-8) : Spectres de la tangente des pertes diélectriques.

La Tangente des pertes électriques observée pour les échantillons nanocomposites montre une variation entre 0 et 0.3 dans l'ensemble. Cette marge de variation est intéressante pour des applications où l'absorption micro-ondes est recherchée telle que le blindage électromagnétique.

III.3.2. Perméabilité magnétique relative

La perméabilité magnétique est un paramètre électromagnétique qui caractérise la réponse d'un milieu matériel à l'action du champ magnétique composant l'onde électromagnétique d'excitation. Pour un milieu à pertes magnétiques générales, la perméabilité magnétique relative est complexe avec la partie réelle μ'_r qui exprime l'aptitude du champ magnétique à pénétrer dans le milieu matériel, et la partie imaginaire μ''_r qui renseigne sur les pertes d'énergie magnétique dans le milieu matériel.

III.3.2.1. Perméabilité magnétique

Les spectres de la perméabilité magnétique μ'_r déterminée pour la cellule de mesure à vide et en charge (échantillons) sont exposés dans la Figure (3-9). A vide, on retrouve la perméabilité magnétique de l'air à travers un spectre qui fluctue autour de 1.

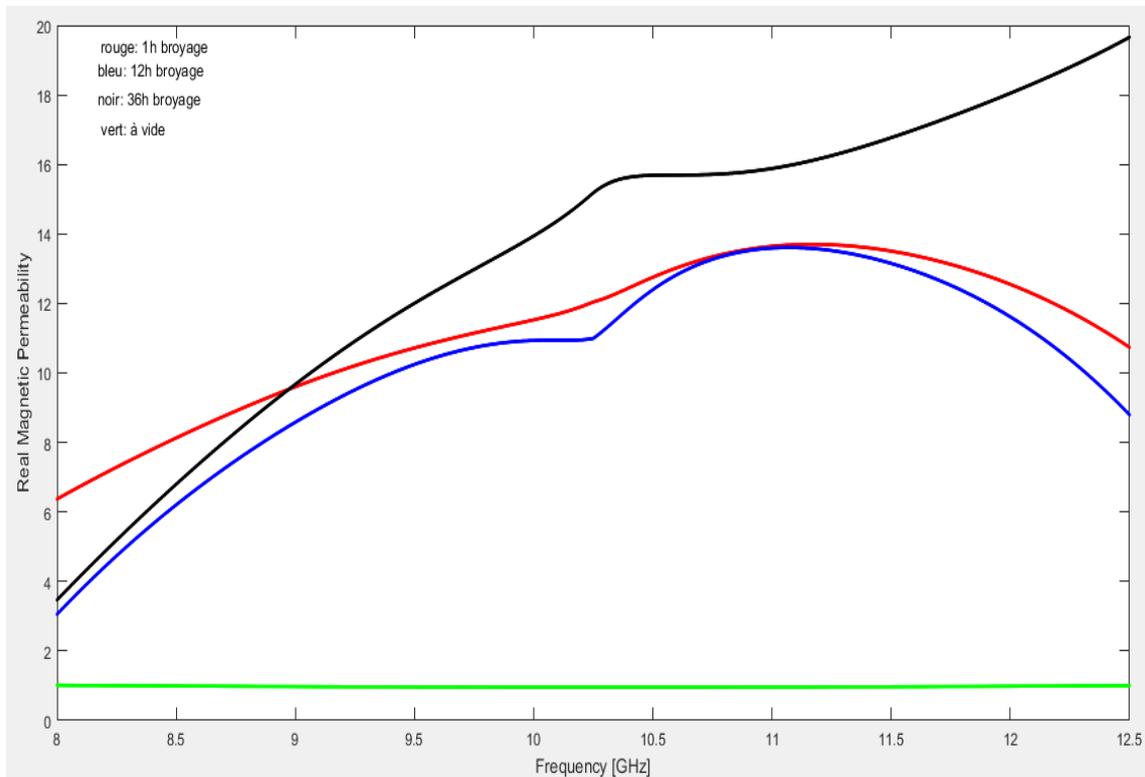


Figure (3-9) : Spectres de la perméabilité magnétique.

Les spectres correspondants aux échantillons de test s'écartent considérablement de celui à vide. Les valeurs importantes de la perméabilité sont dues à la présence de la poudre de Fer dans les échantillons nanocomposites, car le Fer est un matériau qui possède des propriétés magnétiques remarquables. La perméabilité magnétique augmente montrant la conductivité des lignes du champ magnétique par les milieux matériels. Le phénomène de magnétisation est derrière cette augmentation. Le champ électromagnétique pénètre dans le milieu matériel, les moments des dipôles magnétiques dans le matériau tentent de se réorienter le long de la direction du champ magnétique. Le phénomène est de plus en plus important que la durée du broyage augmente (taille des grains constituant le matériau diminue). La perméabilité magnétique réelle augmente avec la fréquence, cela est dû peut-être à la diminution de la longueur de l'onde électromagnétique.

III.3.2.2. Facteur des Pertes magnétiques

Par analogie avec le facteur des pertes diélectriques, la perméabilité magnétique imaginaire appelée facteur des pertes magnétiques μ_r'' renseigne sur les pertes magnétiques subies par l'onde électromagnétique traversant un milieu matériel. Le spectre à vide (Figure (3-10)) fluctue autour de zéro concrétisant la perméabilité magnétique imaginaire de l'air.

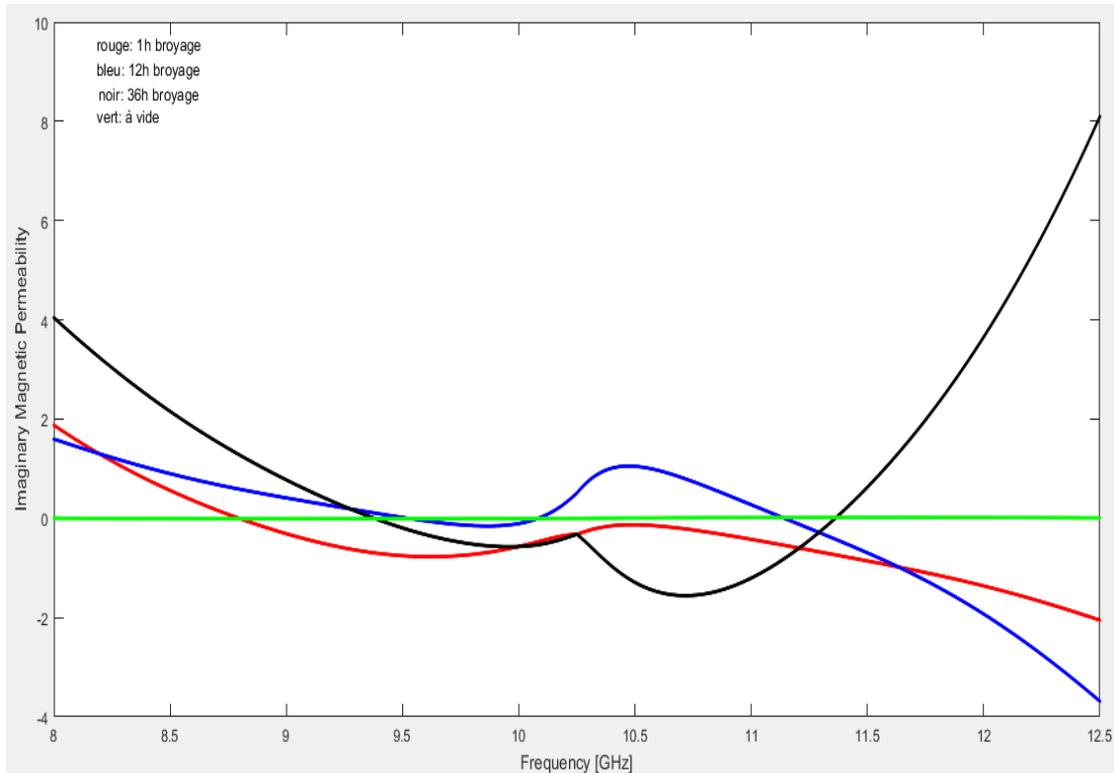


Figure (3-10) : Spectres du facteur des pertes magnétique.

Les spectres du facteur de pertes correspondants aux échantillons composites de test adoptent des variations supérieures à zéros. Ces variations témoignent des pertes d'énergie magnétique subies dans le milieu matériel pour satisfaire le concept de magnétisation. Ces variations se montrent importantes pour l'échantillon broyée jusqu'à 36h.

III.3.2.3. Tangente des Pertes magnétiques

En conséquence, la tangente des pertes magnétiques illustrée dans la Figure (3-11) montre une amélioration importante de ce paramètre électromagnétique comparativement à la tangente des pertes diélectriques. Ceci est dû aux propriétés magnétiques supérieure de la poudre de Fer, qui soumise à l'action d'un broyage à bille subit un raffinement structural qui la rend plus réactive avec le champ électromagnétique.

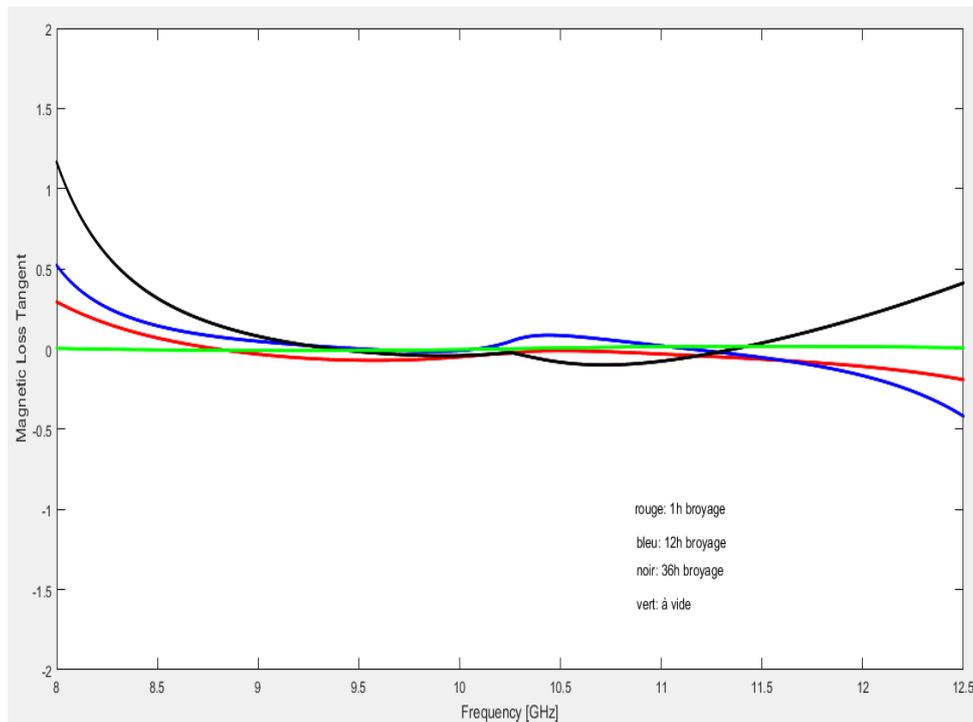


Figure (3-11) : Spectres de la tangente des pertes magnétique.

III.4. Calcul des pertes en réflexion

En utilisant la théorie des lignes de transmission, on évalue la caractéristique d'absorption micro- ondes en terme de pertes en réflexion donné par :

$$R_L = 20 \text{Log} \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \tag{3.14}$$

Ou Z_0 est l'impédance intrinsèque de l'air :

$$Z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = 376.7343 \Omega \tag{3.15}$$

Et Z_{in} est l'impédance d'entrée correspondant à l'échantillon de matériau :

$$Z_{in} = Z_0 \left(\frac{\mu_r}{\epsilon_r} \right)^{\frac{1}{2}} \tanh \left(j \left(\frac{2\pi f d}{c} \right) (\mu_r \epsilon_r)^{\frac{1}{2}} \right) \tag{3.16}$$

Avec f est la fréquence du rayonnement électromagnétique, d est l'épaisseur de l'échantillon test, c est la vitesse de l'onde électromagnétique dans le vide, ϵ_r est la permittivité relative diélectrique et μ_r est la perméabilité magnétique relative correspondantes aux nanocomposites de test et déterminées précédemment.

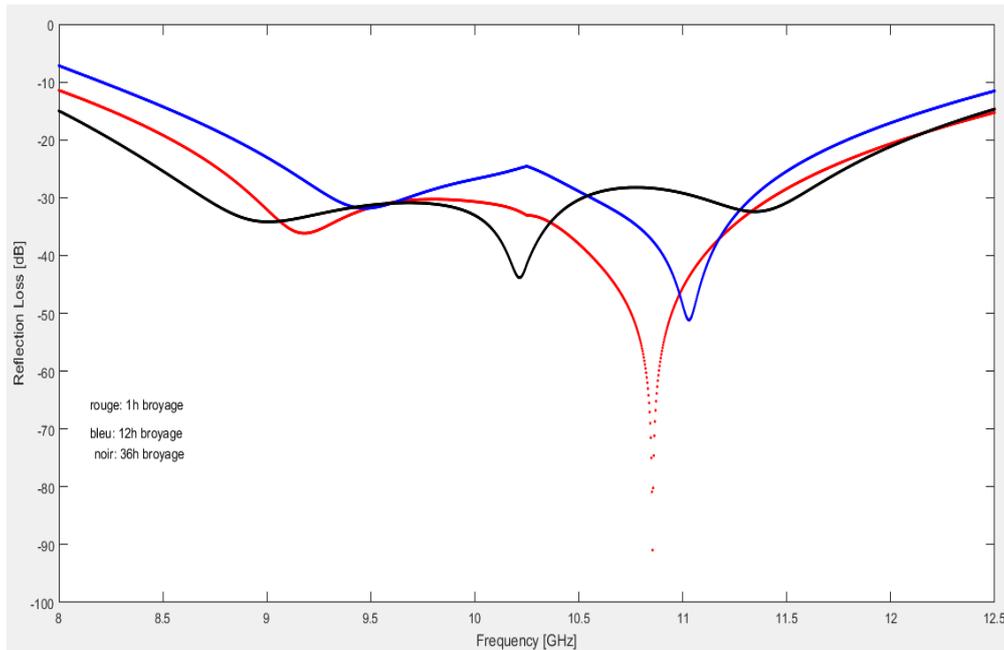


Figure (3-12) : Spectres des pertes de réflexion des échantillons.

Les spectres des pertes en réflexion varient dans la partie inférieure à -10 dB dans toute la bande X. La Figure (3-12) montre la présence de trois pics d'absorption inférieurs à -20dB. Avec l'augmentation de la durée de broyage et diminution de la taille des grains, les pics d'absorption se déplacent vers les plus basses fréquences.

Les résultats obtenus à travers le calcul des pertes en réflexion sont très intéressants pour une application telle que le blindage électromagnétique.

Conclusion :

À la fin de cette partie expérimentale, nous soulignons les observations suivantes :

La différence d'évolution des spectres des paramètres électromagnétiques par rapport à la durée du broyage car à l'échelle nanométrique, elle affecte la structure du milieu matériel.

La différence dans l'évolution des spectres des paramètres électromagnétiques par rapport à la fréquence car l'interaction du milieu matériel avec l'onde électromagnétique qui s'exprime par le phénomène de polarisation et d'aimantation du milieu matériel varie avec la fréquence.

Nous avons remarqué qu'à des multiples de fréquences, il existe des problèmes de précision dues à des pics intenses, car l'extraction des paramètres électromagnétiques par la méthode NRW, Pour éviter ces problèmes et les éliminer en utilisant d'autres méthodes de conversion telles que la méthode itérative du NIST, la nouvelle méthode non itérative et SCL et d'autres solutions possibles telles que le lissage.

Conclusión general

Conclusion générale

Ce travail a été réalisé pour connaître le principe de la caractérisation électromagnétique, les techniques et les méthodes utilisées afin de déterminer les paramètres et les propriétés électromagnétique qui renseignent sur le comportement des matériaux dans une plage de fréquence donnée.

Les propriétés électromagnétiques des matériaux sont utilisées pour améliorer et optimiser le blindage électromagnétique afin de protégé les systèmes électroniques contre les interférences et les perturbations électromagnétiques.

La méthode utilisée consiste a placé les échantillons étudiés a bande de fréquence X, relié à un analyseur de réseau, les échantillons sont des matériaux nanocomposite polymère renforcé par des nanomatériaux de poudre fer a taille de grain nanométrique différent.

Les paramètres de permittivité électrique et de perméabilité magnétique sont extraits sous MATLAB ont utilisant l’algorithme de NRW.

Les remarques et les conclusions qu’on peut tirer de ce travail sont :

- La méthode du guide d’onde rectangulaire est une méthode utile pour caractériser les échantillons de matériaux de petite taille.
- La taille des grains des nanomatériaux utilisés dans les nanocomposite influence ces propriétés électromagnétiques.
- Les propriétés électromagnétiques de ses matériaux varient en fonction de la fréquence dont ils sont exposés.
- Les échantillons des nanocomposite de résine polymère avec un renfort à base de poudre de fer nanostructuré ont indiqué des pertes électromagnétiques importantes.
- Les nanocomposites renforcé par la poudre de fer nanostructurées sont des matériaux de blindage efficace car ils combinent les propriétés de la résine polymère en termes de légèreté avec les propriétés électromagnétiques de ses renforts métallique.

Bibliographies

Chapitre I:

- [1]. Li, T.-T.; Chen, A.-P.; Hwang, P.-W.; Pan, Y.-J.; Hsing, W.-H.; Lou, C.-W.; Chen, Y.-S.; Lin, J.-H. Synergistic Effects of Micro-/Nano-fillers on Conductive and Electromagnetic Shielding Properties of Polypropylene Nanocomposites. *Mater. Manuf. Processes* 2018, 33.
- [2]. F. Costa, G. Rojat, CEM en électronique de puissance, Sources de perturbations, couplages, SEM, Techniques de l'ingénieur, D 3 290.
- [3]. Décret sur la coordination de la résilience nationale aux impulsions électromagnétiques.
- [4]. Décret sur la coordination de la résilience nationale aux impulsions électromagnétiques.
- [5]. Arnold, R. R. 2003. Electronic product trends drive new EMI/RFI shielding solutions. *Interference Technology*.
- [6]. Xingcun Colin Tong .*Electromagnetic Interference Shielding Fundamentals and Design Guide* 2009, P 5.
- [7]. Alain Charoy, *Compatibilité électro-magnétique*, Paris, Dunod, 2005, 701 p.
- [8]. Gabower, J. F. 2003. *Electromagnetic interference shield for electronic devices*
- [9]. Xingcun Colin Tong .*Electromagnetic Interference Shielding Fundamentals and Design Guide* 2009, P 11.
- [10]. Xingcun Colin Tong .*Electromagnetic Interference Shielding Fundamentals and Design Guide* 2009, P 13.
- [11]. Ohlan, A.; Singh, K.; Chandra, A.; Dhawan, S. K. Microwave Absorption Behavior of Core Shell Structured Poly (3,4-Ethylenedioxy Thiophene)Barium Ferrite Nanocomposites. *ACS Appl. Mater. Interfaces* 2010, 2, 927–933
- [12]. Parveen, S.; Manju, A. “Microwave Absorption and EMI Shielding Behavior of Nanocomposites Based on Intrinsically Conducting Polymers, Graphene and Carbon Nanotubes”, In *New Polymers for Special Applications*, 1st edition; Gomes, A. D. S., (Ed.); Ivona Lovric: Croatia, 2012; pp 71–112.
- [13]. Chiang, W.-Y.; Chiang, Y.-S. Effect of Titanate Coupling Agent on Electromagnetic Interference Shielding Effectiveness and Mechanical Properties of PC–ABS–NCF Composite. *J. Appl. Polym. Sci.* 1992, 46, 673–681
- [14]. T. McNally and P. Pötschke, *Polymer-Carbon Nanotube Composites: Preparation, Properties and Applications*, Elsevier, Amsterdam (2011).

Références Bibliographiques

- [15]. Fazeli, Mahyar; Florez, Jennifer Paola; Simão, Renata Antoun (April 2019). "Improvement in adhesion of cellulose fibers to the thermoplastic starch matrix by plasma treatment modification". *Composites Part B: Engineering*. 163: 207–216.
- [16]. Bernadette Bensaude-Vincent et Pierre Laszlo, *Éloge du mixte : Matériaux nouveaux et philosophie ancienne*, Hachette Littératures, mars 1998, p. 97.
- [17]. Schmidt D, Shah D, Giannelis EP. New advances in polymer/layered silicate nanocomposites. *Current Opinion in Solid State & Materials Science*. 2002; 6(3):205-212.
- [18]. Tjong SC, Wang GS. High-cycle fatigue properties of Al-based composites reinforced with in situ TiB₂ and Al₂O₃ particulates. *Materials Science and Engineering: A*. 2004; 386(1-2):48-53.
- [19]. "ISO/TS 80004-1:2015 - Nanotechnologies – Vocabulary – Part 1: Core terms". International Organization for Standardization. 2015. 8 Janvier 2018
- [20]. Portela, Carlos M.; Vidyasagar, A.; Krödel, Sebastian; Weissenbach, Tamara; Yee, Daryl W.; Greer, Julia R.; Kochmann, Dennis M. (2020). "Extreme mechanical resilience of self-assembled nanolabyrinthine materials". *Proceedings of the National Academy of Sciences*. 117 .
- [21]. Barcelo, Damia; Farre, Marinella (2012). *Analysis and Risk of Nanomaterials in Environmental and Food Samples*. Oxford: Elsevier. p. 291.
- [22]. *Nanomatériaux- B*. Viswanathan, publié par la maison d'édition Narosa.
- [23]. Novel natural nanomaterial spins off from spider-mite genome sequencing. *Phys.Org* (23 May 2013).
- [24]. G. A. Silva, *Nanotechnology for biology and medicine*, Springer, 2012
- [25]. Bergheul S., " Contribution A l'Etude Des Nanocomposites A Base de Fer, Elaboration et Caractérisation", Thèse de Doctorat, Université de Blida, Chapitre1, (2006), pp19-28.
- [26]. Murali S, "Assembling Nanoparticules and biomacromolecules Using Electrostatic interactions", *Pure Applications Chemistry*, V 74, n°9, (2002), pp 1621- 1630.

Chapitre II :

- [1]. BELLALEM.A, BELEMOU.Y, Extraction des paramètres électromagnétiques de milieux matériels. Application à un alliage Fer-Aluminium-Vanadium. Mémoire de Master En CNS/ATM 2017/2018.
- [2]. Okabe S., « Common insulating properties in insulating materials », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, février 2006.
- [3]. Technick.net : Constantes diélectriques de quelques matériaux (http://www.technick.net/public/code/cp_dp.php?aiocp_dp=guide_dielectric_constants)
- [4]. Mdarhri. Propriétés électromagnétiques de matériaux hétérogènes : Approche expérimentale et modélisation. Thèse de doctorat. 2007.
- [5]. Mr. ABDALLAH BENHAMOUDA, «Caractérisation électromagnétique de polymère chargé par des mélanges de titanates et d'oxyde en utilisant la spectroscopie en domaine temporel» Thèse de Docteur 2009-2010.
- [6]. W. Ching-ping, R. Yang. High dielectric constant of nano-structure polymer-ceramic composite. Georgia Tech Research Corp. 2003.
- [7]. M. Sabi. Etude de la permittivité et de la perméabilité des matériaux hétérogènes en espace libre aux hyperfréquences. Mémoire de Magister, UFAS. 1998.
- [8]. KEHILECHE I, SAIB I, Caractérisation Electromagnétique de Milieux Matériels Application à des Nanocomposites Fe-Si Mémoire de Master option CNS/ATM.-Numéro de Thèse 042/2017.
- [9]. David Jiles, Introduction to magnetism and magnetic materials, New York, CRC Press, 1998,568 p.
- [10]. <https://www.britannica.com/science/magnetic-permeability>.
- [11]. Cahier technique Schneider Electric (<http://www.schneider-electric.fr/sites/france/fr/produits-services/cahiers-techniques/electrotechnique.page>) .
- [12]. M. Adous, "Caractérisation électromagnétique des matériaux traités de génie civil dans la bande de fréquence 50 MHz-13 GHz," Université de Nantes, 2006.
- [13]. Radwan Dib. Caractérisation de couches diélectriques et magnétiques de structures multicouches par cavité résonante microonde. Optique / photonique. Université Jean Monnet - Saint-Etienne, 2014. Français.
- [14]. T. T. Grove, M.F. Masters, and R.E. Miers, "Determining Dielectric Constants Using a Parallel Plate Capacitor.American Journal of Physics," pp. 52-56, 2005.

Références Bibliographiques

- [15]. T.-M. L. Ming. He, Metal-dielectric interfaces in gigascale electronics New York Inc.: Springer-Verlag 2012.
- [16]. F. Gardiol, Hyperfréquences: Ed. Dunod, Presses Polytechniques Romandes, 1987.
- [17]. M. D. J. James Baker-Jarvis, J. H. Grosvenor, Jr. and Richard G. Geyer, Transmission/Reflection and short-circuit line methods for measuring permittivity and permeability: Natl. Inst. Stand. Technol, 1993.
- [18]. G. S. V. R. M.S.Venkatesh, "An Overview of Dielectric Properties Measuring Techniques," The Journal of The Canadian Society for Bioengineering (CSBE), 2005.
- [19]. i. t. f. d. c. p. w. t. transmission.
- [20]. A. P. G. a. R. N.C., "A Review of RF and Microwave Techniques for Dielectric measurement on polar liquids," IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, pp. 727-743, 2006.
- [21]. S. J. D. D. Q. Jiang, "Measurement of electromagnetic properties of materials using transmission/reflection method in coaxial line," presented at the The 3rd Asia pacific Conference on Environmental Electromagnetics CEEM China, 2003.
- [22]. M. T. Khan and S. M. Ali, "A Brief Review of Measuring Techniques for Characterization of Dielectric Materials," International Journal of Information Technology and Electrical Engineering, vol. 1, 2012.
- [23]. T. Marsland and S. Evans, Dielectric measurements with an open-ended coaxial probe, in IEE Proceedings H (Microwaves, Antennas and Propagation), 1987, pp. 341-349.
- [24]. R. J. Cook, "Microwave cavity methods," presented at the in High Frequency Dielectric Measurement U.K.: IPC Science and Technology Press, 1973.
- [25]. R. Waldron, "Perturbation theory of resonant cavities," Proceedings of the IEE-Part C: Monographs, vol. 107, pp. 272-274, 1960.
- [26]. S. B. Kumar, U. Raveendranath, P. Mohanan, K. Mathew, M. Hajian, and L. Ligthart, "A simple free-space method for measuring the complex permittivity of single and compound dielectric materials," Microwave and Optical Technology Letters, vol. 26, pp. 117-119, 2000.
- [27]. G. L. Friedsam and E. M. Biebl, "A broadband free-space dielectric properties measurement system at millimeter wavelengths," Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on, vol. 46, pp. 515-518, 1997.
- [28]. R. Cook and C. Rosenberg, "Measurement of the complex refractive index of isotropic and anisotropic materials at 35 GHz using a free space microwave bridge," Journal of Physics D: Applied Physics, vol. 12, p. 1643, 1979.

Références Bibliographiques

- [29]. J. J. Baker-Jarvis, Michael D.; Riddle, Bill F.; Johk, Robert T.; Kabos, P. (Pavel); Holloway, Christopher L.; Geyer, Richard G.; Grosvenor, Chriss A., Measuring the Permittivity and Permeability of Lossy Materials: Solids, Liquids, Metals, Building Materials, and Negative-Index Materials vol. NIST Technical Note 1536. Washington: National Institute of Standards and Technology (U.S.), 2005.
- [30]. D. K. Ghodgaonkar, V. V. Varadan, and V. K. Varadan, "A free-space method for measurement of dielectric constants and loss tangents at microwave frequencies," Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on, vol. 38, pp. 789-793, 1989.
- [31]. J. A. Stratton and J. Hebenstreit, Théorie de l'électromagnétisme: Dunod, 1961.
- [32]. Amiet, A. and Jewsbury, P. 2000. Free space microwave permittivity and permeability measurements.
- [33]. Permittivity and Permeability of Materials. IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques.
- [34]. Courtney, W. E. 1970. Analysis and Evaluation of a Method of Measuring the Complex Permittivity and Permeability Microwave Insulators. Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on.18(8): 476-485.
- [35]. Ghodgaonkar, D. K., Varadan, V. V. and Varadan, V. K. 1990. Free-space measurement of complex permittivity and complex permeability of magnetic materials at microwave frequencies.
- [36]. Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on.
- [37]. M. Sabi. Etude de la Permittivité et de la Perméabilité des Matériaux Hétérogènes en espace libre aux Hyperfréquences. Mémoire de Magister, D. B. Leeson. Waves & Impedances on Transmission Lines. TI Waves & Impedances, EEE 194 Rf.. 1998.
- [38]. Edward J. Rothwell, Jonathan L. Frasz¹, Sean M. Ellison¹, Premjeet Chahal¹, and Raoul O. Ouedraogo: Analysis of the Nicolson-Ross-Weir Method for Characterizing the Electromagnetic Properties of Engineered Materials Progress In Electromagnetics Research, Vol. 157, 31–47, 2016
- [39]. Claude M. Weil, Michael D. Janezic, Eric J. Vanzura, Intercomparison of Permeability and Permittivity Measurements Using the Transmission/Reflection Method in 7 and 14 mm Coaxial Air Lines NIST Technical Note 7386 1997
- [40]. Measurement of Dielectric Material Properties Kuek Chee Yaw 04.2012-RAC0607-0019_1_4E

Annexes

ANNEXE 1:

General Measurement Procedure

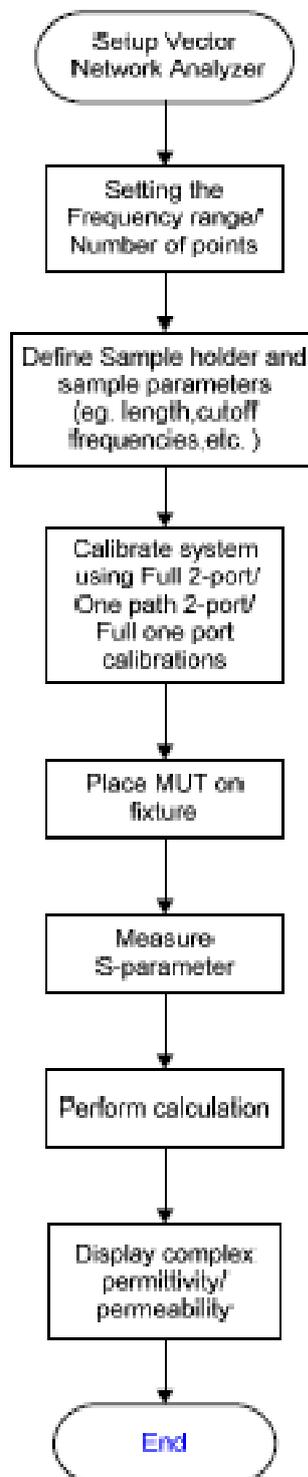


Figure A-1 : Organigramme pour les procédures de mesure.

ANNEXE 2 :

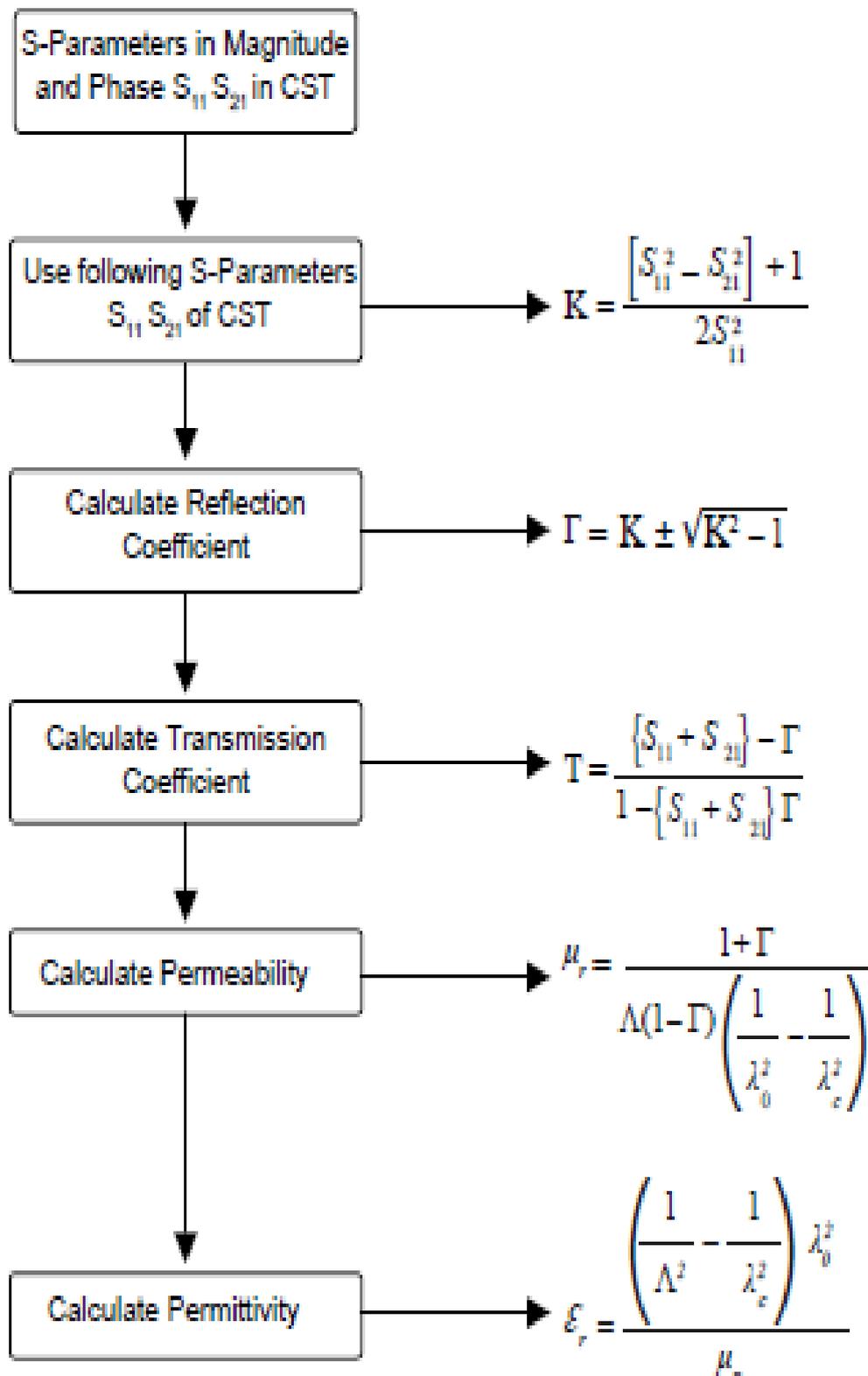


Figure A-2 : Organigramme pour la méthode de NRW.