

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**



**Institut d'Aéronautique et des Etudes Spatiales  
Département de navigation aérienne**

**Mémoire de Fin d'Etudes en vue de l'obtention du diplôme de  
Master  
En  
Communication Navigation Surveillance-Air Traffic Management**

**THEME**

**Caractérisation de la propriété d'absorption  
micro-ondes dans la bande X d'échantillons  
nanocomposites à base de cuivre.**

**Présenté par :**

**1- Horma Tahir**

**2- Flifla Zakaria**

**Encadrer par :**

**M<sup>me</sup> : F. Otmane**

**Année universitaire : 2020- 2021**

## Dédicaces

A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études,

A mes chères sœurs, pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral,

A mes chers frères, pour leur appui et leur encouragement,

A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire,

A mon binôme : Tahar

A tous mes chères amis , surtout Aboubaker, Abdelmoudjoud ,Walid, Salah ,Said et bien sur Thamazight aussi.

Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant allégués, et le fruit de votre soutien infailible,

Merci d'être toujours là pour moi.

**Flifla Zakaria**

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 : Zakaria  
A tous mes amis de la promotion CNS/ATM 2021  
A ma famille et toutes les personnes que j'aime

**Tahar Horma**

## الملخص

هذه المذكرة موجهة لدراسة الخصائص التركيبية والكهرومغناطيسية لعينات جسيمات نانومترية نحاسية متحصل عليها لفترات زمنية مختلفة لاستعمالها في عملية طلاء الطائرات والتي تقوم بامتصاص إشارات الرادار كطريقة من طرق التخفي المطبقة في المجالات العسكرية. نركز في هذه المذكرة على دراسة سلوك هذه العينات المعرضة لحقل كهرومغناطيسي ضمن مسار موجي موجه لمجال الترددات اكس (ما بين 10 جيجا هرتز وصولاً لـ 15 جيجا هرتز). تطرقنا لدراسة الجانب التركيبي للعينات عن طريق استعمال الأشعة السينية وبالاعتماد على مقياس الانتشار وطرق تحليل شيرر و ويليامسون-هول حيث حددنا الخصائص البنيوية للعينات كما أننا تطرقنا للخصائص الكهرومغناطيسية بالاعتماد على طريقة تحليل نيكولسون-روس-واير باستعمال محلل الشبكات ضمن مسار موجي حديدي.

## **Abstract :**

This work is devoted to the study of the structural and the electromagnetic characteristics of a Nano-samples made of copper got from several times after milling for making a special coating for airplanes that is capable of absorbing the radar signal as a way of stealth applied in the military field. We will focus in studying the behavior of those samples by applying an electromagnetic field in the x band's interval (between 10 GHz and 15 GHz). We studied the structural side of the samples by using x-rays, and with the help of the diffractometer and the microstructural analysis such as Scherrer and Williamson-Hall we defined the various structural parameters, then we defined the electromagnetic characteristics using Nicolson Ross weir method and a network analyzer in a metallic wave guide.

## **Résumé :**

Ce mémoire est dirigé vers les études des caractéristiques structurale et électromagnétique des nano-poudre de cuivre obtenus à des différents périodes ces derniers sont utilisés pour les revêtements des avions pour l'absorption des rayons radar comme une méthode de furtive appliqué dans le domaine militaire. Dans ce travail on étudie le comportement de ces échantillons qui sont soumis à un champ électromagnétique dans un intervalle de fréquence X entre(10GHZ-15GHZ) puis on a étudié le structure des échantillons à l'utilisation des rayon X à l'aide de diffractomètre et les méthodes d'analyse Scherrer et Williamson-Hall ou on a trouvé les caractéristiques structurales, après on a défini les diverses caractéristiques électromagnétique en utilisant Nicolson Ross Weir et avec l'aide de l'analyseur des réseaux dans un guide d'onde métallique.

# Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	10
<b>CHAPITRE I : GENERALITE</b>	<b>13</b>
<b>I.1 Introduction :</b>	<b>13</b>
<b>I.2 Les Rayonnements électromagnétiques :</b>	<b>13</b>
<b>I.2.1 Le rayonnement X :</b>	13
<b>I.2.2 Le rayonnement micro-onde :</b>	14
<b>I.2.3 L'interaction avec la matière :</b>	14
I.2.3.1 Cas du rayonnement X:	14
I.2.3.2 Cas du rayonnement micro-ondes:	15
<b>I.3 Les poudres Nanostructurées :</b>	<b>15</b>
<b>I.3.1 la classification de nanoparticules :</b>	15
I.3.1.1 Selon les démontions:	15
A- Nanoparticules de 0 dimension	16
B- Nanoparticules de dimension 1	16
C- Nanoparticules de dimension 2	16
D- Nanoparticules de dimension 3	16
I.3.1.2 Selon la forme:	16
I.3.1.3 Selon les composants:	16
<b>I.3.1.3.1 Nanoparticules organiques</b>	16
<b>I.3.1.3.2 Nanoparticules inorganiques</b>	17
1- : <i>À base de métal :</i>	17
2- <i>A base d'oxydes métalliques :</i>	17
<b>I.3.1.3.3 Nanoparticules à base de carbone :</b>	17
<b>I.3.2 Méthodes de Nanostructuration :</b>	18
I.3.2.1 Approches « top down »:	18
<b>I.3.2.1.1 Méthodes mécaniques : le broyage avec les billes :</b>	18
Les paramètres qui contrôlent le broyage :	18
<b>I.3.2.1.2 Méthodes physiques : Lithographie :</b>	20
I.3.2.2 Approches « bottom up »:	20
<b>I.3.2.2.1 Méthodes physique :</b>	20
<b>I.3.2.2.2 Méthodes Chimique :</b>	21

<b>I.3.3 objectifs de la nanostructuration</b>	<b>21</b>
<b>I.4 Applications des poudres nanostructurées :</b>	<b>21</b>
<b>I.4.1 Matériaux d'absorption Radar (RAM) :</b>	<b>21</b>
I.4.1.1 Le Mécanismes:	22
I.4.1.2 Les types de RAM:	23
<b>I.4.1.2.1 les types selon la largeur de bande et le principe de travail : on distingue deux types</b>	<b>23</b>
a- Matériaux quarts d'onde :	23
b- Matériaux absorbants par transformation d'énergie :	23
<b>I.4.1.2.2 Les types de RAM nanostructurée utilisant aux micro-ondes :</b>	<b>23</b>
1- RAMs à nano-cristaux :	23
2- RAM Nano-composites Core-Shell:	23
3- RAM de matériaux inorganiques :	24
4- RAM à Nano-composite de carbone nanostructurée et polymères :	24
<b>I.4.2 Blindage des interférences électromagnétiques (EMI)</b>	<b>24</b>
I.4.2.1 Le Mécanisme du blindage électromagnétique	25
<b>I.5 Conclusion :</b>	<b>26</b>
<b>CHAPITRE II : ANALYSE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X</b>	<b>28</b>
<b>II.1. Introduction</b>	<b>28</b>
<b>II.2. Rayons X</b>	<b>28</b>
<b>II.2.1. Définition</b>	<b>28</b>
<b>II.2.2. Production des rayons X: on distingue 3 méthodes en général :</b>	<b>29</b>
II.2.2.1. Le rayonnement synchrotron :	29
II.2.2.2. Excitation et désexcitation des couches internes des atomes :	29
II.2.2.3. Les "tubes X" de laboratoire pour la "XRD"	29
<b>II.3. Diffraction des rayons X par la matière cristallisée :</b>	<b>30</b>
<b>II.3.1. Structure de la matière :</b>	<b>30</b>
<b>II.3.2. Principe général de diffraction de poudre :</b>	<b>31</b>
<b>II.3.3. Diffractomètre en géométrie Bragg-Brentano :</b>	<b>33</b>
II.3.3.1. Principe de travail et sa structure :	33
II.3.3.2. le porte-échantillon :	34
II.3.3.3. Les modes d'utilisation : on distingue deux modes :	34
<b>II.3.3.3.a-Mode <math>\theta/\theta</math> :</b> il est caractérisé par :	<b>34</b>
<b>II.3.3.3.b-Mode <math>\theta/2\theta</math>:</b> il est caractérisé par :	<b>34</b>

II.3.3.4. Les modes d'enregistrements : il y a deux types :	35
<b>II.3.3.4.a. en continu</b> : déplacements angulaires à vitesse constante.	35
II.4. Analyse microstructurale :	35
II.5. Les méthodes d'analyses microstructurales :	39
<b>II.5.1. méthode de Scherrer :</b>	39
<b>II.5.2. la méthode de Williamson-Hall :</b>	40
<b>II.5.3. La méthode de Halder–Wagner :</b>	41
<b>II.5.4. la méthode de SSP (Size Strain Plot Method)</b>	42
<b>II.5.5. la méthode de Rietveld</b>	43
<b>II.5.6. la méthode de Warren–Averbach (W-A) :</b>	44
<b>II.5.7. la méthode de TEM :</b>	45
<b>II.5.8. La méthode de BET</b>	45
<b>II.5.9. Le logiciel de PANalytical Xpert HighScore Plus :</b>	45
<b>II.5.9.a. la méthode de Scherrer</b>	46
<b>II.5.9.b. la méthode de williamson-hall</b>	46
<b>CHAPITRE III : ANALYSE PAR TRANSMISSION REFLEXION</b>	<b>49</b>
<b>III.1 Introduction :</b>	<b>49</b>
<b>III.2 Principe générale :</b>	<b>49</b>
<b>III.2.1 Caractérisation électromagnétique des matériaux diélectriques :</b>	49
<b>III.2.2 Permittivité diélectrique et perméabilité magnétique :</b>	50
III.2.2.1 Permittivité diélectrique:	51
<b>III.2.2.2 Perméabilité magnétique :</b>	51
<b>III.3 Procède Expérimentale :</b>	<b>52</b>
<b>III.3.1 Méthode de la ligne de transmission/réflexion :</b>	53
III.3.1.1 ligne coaxiale :	54
III.3.1.2 : Guides d'ondes métalliques :	55
<b>III.3.1.2.a Longueurs d'onde guidée et de coupure :</b>	56
<b>III.3.1.2.b Cas particuliers d'un guide rectangulaire :</b>	56
III.3.1.3 : Analyseur de réseaux :	56
<b>III.4 Matrice de dispersion S :</b>	<b>57</b>
<b>III.4.1 Utilisation des paramètres S :</b>	59
<b>III.5 Conversion des paramètres S (Nicholson Ross Weir) :</b>	<b>59</b>
<b>III.5.1 Principe de Méthode :</b>	60

<b>III.5.2 Processus de conversion Nicholson-Ross-Weir :</b>	<b>60</b>
<b>III.6 Conclusion :</b>	<b>61</b>
<b>CHAPITRE IV :LES RESULTATS ET INTERPRETATION</b>	<b>63</b>
<b>IV.1. l'étude des caractéristiques structurale :</b>	<b>63</b>
<b>IV.1.1.Les analyses de Xrd :</b>	63
IV.1.1.1.Les resultats :	63
<b>IV .1.1.1.a.Pour le cas pur :</b>	63
<b>IV .1.1.1.b.Pour le cas de 6 heures de broyage</b>	63
<b>IV .1.1.1.c.Pour le cas de 24 heures de broyage :</b>	64
IV.1.1.2.La discussion des divers résultats :	66
<b>IV.1.2.Les methodes d'analyses micro-structural</b>	68
IV.1.2.1.la methode de scherrer	68
<b>IV.1.2.1.a.graphique :</b>	68
<b>IV.1.2.1.b.La variation de diamatre :</b>	70
IV.1.2.2.la methode de Williamson-Hall :	70
<b>IV.2-l'étude des caractéristiques électromagnétiques :</b>	<b>74</b>
<b>IV.2.1.les paramètres S :</b>	74
Conclusion	78
ANNEXES	80

## Liste des figures

Figure I.1 : les spectres électromagnétiques avec une illustration des bandes micro-onde.....	14
Figure I.2: l'interaction de rayonnement X avec la matière.....	15
Figure I.3: l'interaction de rayonnement micro-onde avec la matière.....	15
Figure I.4: la construction des nanoparticules inorganique.....	16
Figure I.5: la construction des nanoparticules à base de carbone (a- a – fullerènes, b – graphène, c – nanotubes de carbone, d – nanofibers de carbone et e – le carbone noir) .....	17
Figure I.6 : les approches de nano-structuration .....	18
Figure I.7 : les divers types de broyage (a- Moulin à billes, b- moulin à attriteur, c- broyeur à boulets planétaire, d-broyeurs à boulets vibrants e- broyeur magnétique) .....	19
Figure I.8 : les diverses méthodes physique (a- condensation de gaz inerte, b- Pulvérisation c- le vapeur physique) .....	21
Figure I.9 : blindage électromagnétique extérieur et intérieur.....	25
Figure I.10 : le mécanisme de blindage électromagnétique .....	25
Figure II.1 les spectres électromagnétique .....	28
Figure II.2 Les méthodes qui provoquent les rayons X .....	29
Figure II.3 : les types de structure de matière.....	30
Figure II.4 : une structure cristalline cubique à face centré .....	31
Figure II.5 : une représentation de la relation de Bragg .....	32
Figure II.6 : les réflexions de Bragg avec surfaces coniques autour l'axe du rayons X incidentes .....	32
Figure II.7 :diffractogramme de fcc cuivre .....	33
Figure II.8 : géométrie Bragg-Brentano.....	34
Figure II.9 : le porte-échantillon .....	34
Figure II.10 : Les modes d'utilisation de la diffractomètres .....	35
Figure II.11 : la représentation graphique de WH et de Scherrer.....	41
Figure II.12 : : la représentation graphique de Halder Wagner .....	42
Figure II.13 : les étapes de la méthode de Scherrer sur le « High score plus » .....	46
Figure II.14 : les étapes de la méthode de WH sur le « High score plus ».....	47
Figure III.1 : Crée un diélectrique.....	51
Figure III.2 : Crée un champ magnétique .....	52
<b>Figure III.4 : Câble coaxiale Simple blindage .....</b>	<b>54</b>
<b>Figure III.5 : Câble coaxial flexible - double blindage.....</b>	<b>54</b>
<b>Figure III.6 : Câble coaxiale Semi Rigide– câble malléable à main.....</b>	<b>54</b>
<b>Figure III.7 : Câble coaxiale Semi-flexible .....</b>	<b>55</b>
<b>Figure III.8 : guide d'onde rectangulaire .....</b>	<b>56</b>
<b>Figure III.9 : Appareil Analyseur de réseaux.....</b>	<b>57</b>



<b>Figure III.10 : Accès d'un quadripôle par un signal.....</b>	<b>58</b>
<b>Figure IV.1:le diffractogramme pour le cas pur.....</b>	<b>63</b>
<b>Figure IV.2: le diffractogramme pour le cas de 6h de broyage .....</b>	<b>64</b>
<b>Figure IV.3: le diffractogramme pour le cas de 24h de broyage .....</b>	<b>64</b>
<b>Figure IV.4: le diffractogramme pour le cas de 46h de broyage .....</b>	<b>65</b>
<b>Figure IV.5: la comparaison des diffractogramme.....</b>	<b>66</b>
<b>Figure IV.5:la variation d'intensité et de largeur en fonction de temps de broyage .....</b>	<b>67</b>
<b>Figure IV.6:la variation de paramètre de maille en fonction de temps de broyage.....</b>	<b>68</b>
<b>Figure IV.7: la représentation de Scherrer.....</b>	<b>69</b>
<b>Figure IV.8:la variation de diamètre avec la méthode de Scherrer .....</b>	<b>70</b>
<b>Figure IV.9:la représentation de WH.....</b>	<b>71</b>
<b>Figure IV.10:la variation de diamètre en fonction de temps de broyage.....</b>	<b>72</b>
<b>Figure IV.11: la variation de déformation en fonction de temps de broyage .....</b>	<b>73</b>
<b>Figure IV.12: représente les paramètres <math>S_{ij}</math> de l'échantillon des différentes temps .....</b>	<b>74</b>
<b>Figure IV.13: la variation des divers paramètres selon le type d'échantillon utilisé .....</b>	<b>76</b>

### Liste des tableaux

<b>Tableau II.1 : les diverses relations entre les paramètres de rietveld pour la calcule de taille et déformation .....</b>	<b>44</b>
<b>Tableaux III.1 : Conversion de la méthode NRW .....</b>	<b>60</b>
<b>Tableau IV.1: les résultats pour le cas pur.....</b>	<b>63</b>
<b>Tableau IV.2: les résultats pour le cas de 6h de broyage .....</b>	<b>64</b>
<b>Tableau IV.3: les résultats pour le cas de 24h de broyage .....</b>	<b>65</b>
<b>Tableau IV.4: les résultats pour le cas de 46h de broyage .....</b>	<b>65</b>
<b>Tableau IV.5 : les résultats obtenu en utilisant de Scherrer.....</b>	<b>69</b>
<b>Tableau IV.6: les résultats obtenu en utilisant de WH.....</b>	<b>72</b>

### La liste des Abreviation :

SER : Surface Equivalent Radar

WH : Williamson–Hall

HW : Halder–Wagner

TEM : Transmission electron microscopy

TEM : Transmission electron microscopy

BPR : ball to powder ration

CVA : Chemical Vapor Deposition

RAM : Radar Absorbing Material

FWHM : Full Width at Half Maximum

UDM : Uniforme Deformation .....

SSP : Size Strain Plot

EM : electromagnetic

VNA : vectoriel Network Analyzer.

NRW : Nicholson-Ross-Weir.

MUT : material under test

MWNT : Centric Multi-Wall Nanotubes

EMI :electromagnetic interference

U.V : Ultra-Violet

XRD: X-ray diffraction

Sol gel: solution gelefication

### La liste des symboles :

$Z_c$  : l'impédance caractéristique.

$Z_L$  : l'impédance de charge

$Z_0$  : l'impédance caractéristique du vide

$T$  : periode

$\varepsilon$  : la déformation

$k$  : Kelvin

$^{\circ}C$  : degré Celsius.

$c$  : vitesse de la lumière.

$\Gamma$  : coefficient de réflexion

$T$ : coefficient de transmission

$\lambda_0$  : la longueur d'onde de l'espace libre

$\lambda_c$  : la longueur d'onde de coupure

$\epsilon_0$  : permittivité de vide

$k$  : le nombre d'onde.

$\mu_0$  : la perméabilité de vide

$\epsilon_r$  : permittivité diélectrique relative.

$\epsilon'$  : partie réelle de permittivité diélectrique.

$\epsilon''$  : partie imaginaire de permittivité diélectrique.

$\mu_r$  : perméabilité magnétique.

$\mu'$  : partie réelle de perméabilité magnétique.

$\mu''$  : partie imaginaire de perméabilité magnétique.

$\lambda_c$  : la longueur d'onde de coupure.

$\tan \delta_\epsilon$  : dielectric loss tangent

$\tan \delta_\mu$  : magnetic loss tangent

$\lambda$  : Longueur d'onde.

$f$  : Fréquence.

$\gamma$  : gamma.

$\omega$  : pulsation.

$S$  : surface

$V$  : volume

$\theta$  : est l'angle de diffraction

$(h, k, l)$  : sont les indices de Miller correspondent à les plans qui reflète diffractent les ondes émis

$\sigma$  : la conductivité électrique.

$\beta_{obs}$ : la largeur observé

$\beta_{ins}$ : la largeur instrumental

$\beta_{mat}$  : la largeur matériel

$\text{Å}$  : anglichtron

$K$  : la constante de forme

$\beta_l$ : largeur à mi-hauteur du fonctions lorentzienne

$\beta_g$ : largeur à mi-hauteur du fonctions gaussienne

D : la taille de grain

$S_{ij}$  : le 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.

S : la matrice de dispersion.

S-paramètres : les paramètres de dispersions.

L : la longueur de l'échantillon.

$\lambda_g$  : la longueur d'onde mesurée suivant Oz

$2\theta$  : the angle of Bragg (diffraction)

D : la densité de flux électrique

B : la densité de flux magnétique

H : L'intensité magnétique

## **Introduction générale :**

Les microondes est un domaine vaste qui a plusieurs application, et Les premiers étapes pour l'utilisation de cette bande en aéronautique étaient autour les années de 2ème guerre mondiale de tel sort qu'il permet de créer des radars avec des compétences inhabituelles, permettant à détecter les aéronefs les plus loin. Cette évolution même s'elle apparait comme un cadeau pour les détecteurs aux domaines spatiaux et marins, elle était comme un coup aux avions militaires qu'ils ont devenu visibles pour une distance loin et facile à détecter.

Un type de matériaux était inventé quelques années auparavant en 1936 au pays bas donnait une solution parfait pour ce problème. Les même diverses caractéristiques qui permettent à cette invention d'absorber les ondes à la région de 2 GHz, Elles lui donnent une place entre ces solutions. Ce matériau a ouvert une porte pour les recherches sur des autres matériaux des mêmes caractéristiques surtout par la motivation de guerre. Ces recherches ont donnés des résultats plus vite où les allemands ont inventé deux types de ces matériaux absorbants (RAM) le premier appelé « Wesh » qui fonctionne à la bande autour 3 GHz et qu'il était fabriquer par une feuille de caoutchouc semi-flexible chargé par une poudre de fer carbonyle utilisant pour les marins. Le deuxième est appelé « Jaumann » qui était développé par une multicouche approchés, il a une large bande de travail de 2 GHz à 15 GHz. au même temps les américains sont inventés des autres types des RAM pour augmenter la performance de radar par éliminé les parasites et les bruits due au milieu autour lui, l'un fonctionne avec puissance de réduction de SER arrive de 10 dB à 20 dB mais avec une bande étroite. Des années après à 1952 les chercheurs ont inventé un RAM appelé Salisbury avec une puissance d'absorption élevée situé à  $\frac{1}{4}$  longueur d'onde d'un métal avec une bande étroite. les bande d'utilisation étant étroites, et pour obtenir des large bande les chercheurs ont découverts après qu'ils sont capable d'utiliser la technique de multicouche pour l'obtenir et ça est ce qui s'est passé par l'addition des couche résistive à Salisbury, des années après ils sont utilisés des autre matériaux avec une puissance d'absorption très élevés par rapport à celles produit avant tel que tremper de carbone sur un tapis de poils d'animaux lâchement filés.

Les efforts étaient continus et qu'ils ont résulté la production des CA-RAM (un circuit analogique RAM). Il est apparu dans les années 1980 par hasard, certains produits

biotechnologiques ont caractérisé par une absorption d'ultra-large bande. Des expériences ultérieures ont confirmé l'existence d'une réduction substantielle du SER. Il s'agit d'une substance noire poudreuse qui est beaucoup plus légère (1/10) que les ferrites ; elle a été utilisée pour la fabrication de peintures RAM et même entre à la construction de structure pour les avions furtifs, ce qui crée une révolution au domaine d'aéronautique, surtout avec ses diverses propriétés qu'elles sont toutes couplées au niveau d'améliorer la performance d'avion. Et parce que ce dernier est le but principal de l'aéronautique on a essayé de marcher avec les ondes de cette révolution qui a couplé l'aéronautique avec la nanotechnologie et on a essayé d'utiliser des échantillons aux nanoparticules de cuivre broyé pour créer un revêtement avec une puissance absorbable plus élevée possible. Et pour ça on a étudié les caractéristiques structurales et électromagnétiques de ces échantillons broyés, et pour ces études on a divisé notre travail en 4 chapitres, qu'ils sont :

1-chapitre 1 : on a traité les divers rayonnements utilisés dans nos expériences, parlant sur les diverses méthodes nanostructurées qu'ils sont utilisés pour l'élaboration de la matière élémentaire de RAM, abordant les diverses applications de cette matière

2- chapitre 2 : on a abordé les diverses méthodes et les analyses utilisées, et même des définitions fondamentales pour l'étude structurale des poudres nanoparticules par le DRX

3-chapitre 3 : une étude préliminaire sur les caractéristiques électromagnétiques, une description de ses propriétés, et les mythologies qui peuvent caractériser avec précision ces propriétés des matériaux, Nous avons également établi une méthode d'extraction (Nicolson Ross weir) pour obtenir les propriétés électromagnétiques.

4-chapitre 4 : les résultats de nos expériences et leurs interprétations

Et en fin on a fait une conclusion générale

*Chapitre I :*

*Généralité*

# Chapitre I : Généralité

## I.1 Introduction :

Autour les années de 2<sup>ème</sup> guerre mondiale, l'utilisation des microondes permet les radars à détecter les aéronefs les plus loin, cette évolution était le motive d'essayer produire des techniques réduire la probabilité de détection et créer des aéronefs « invisible ». et car la détection des aéronefs par les radar basé sur les divers rayonnement électromagnétique et les réflexions des ondes électromagnétiques, les fabricants essayer de jouer sur les divers paramètres pour réduire la réflexion ou par un autre mot réduire la surface équivalent de radar SER , ils ont essayé premièrement de designer des divers forme, mais cette technique était vraiment limité et ne fait pas le travail convenable à certain condition, ce que dirige les yeux des recherche au science des matériaux concentrant au matériel constituant la structure au dehors, la synchronisation de ces besoins avec la révolution des nanotechnologie donne une occasion d'or pour les chercheurs pour créer des matériaux absorption radar convenable surtout avec les options offris par la science des nanomatériaux qui permet de créer des matériaux avec les propriétés désirés.

## I.2 Les Rayonnements électromagnétiques :

Le rayonnement est décrit sous la forme d'une onde électromagnétique correspondant à la propagation d'un champ magnétique et d'un champ électrique au même temps (l'un étant perpendiculaire à l'autre) en ligne droite à partir d'une source constituée par un mouvement alternatif de charges électriques.

Ces rayonnements ont été décomposés à des groupes qui sont appelés « les spectres électromagnétique », cette partition est en fonction de longueur d'onde, ou, de manière équivalente, de fréquence ou d'énergie de rayonnement.

### I.2.1 Le rayonnement X :

Est un rayonnement électromagnétique qu'il fait partie d'un spectre caractérisé par une longueur d'onde très petit située entre 10 pico mètres et 10 nanomètres, (donc ont une fréquence comprise entre 10<sup>16</sup> Hz et 10<sup>20</sup> Hz et une énergie varie de 0.1 à 100 KeV), il est utilisable à des divers applications surtout à la médecine et à les études des petits particules.



L'énergie des rayons X est très grande de tel sort qu'ils ne sont pas absorbables par plusieurs molécules

### I.2.2 Le rayonnement micro-onde :

Sont les rayonnements caractérisent par une fréquence varie de 300 MHz à 300 GHz (avec une longueur d'ondes de 1mm jusqu'à 1 m). La gamme de micro-onde est divisée à 3 parties : ultra haute fréquence, supra hautes fréquences et extra hautes fréquences. Ces derniers sont aussi devisés à des bondes plus étroites pour des applications particulières telles que la radionavigation, radar, chauffage industriel, et la médecine.

Ce rayonnement est directif avec un faible bruit et une bande passante très grande

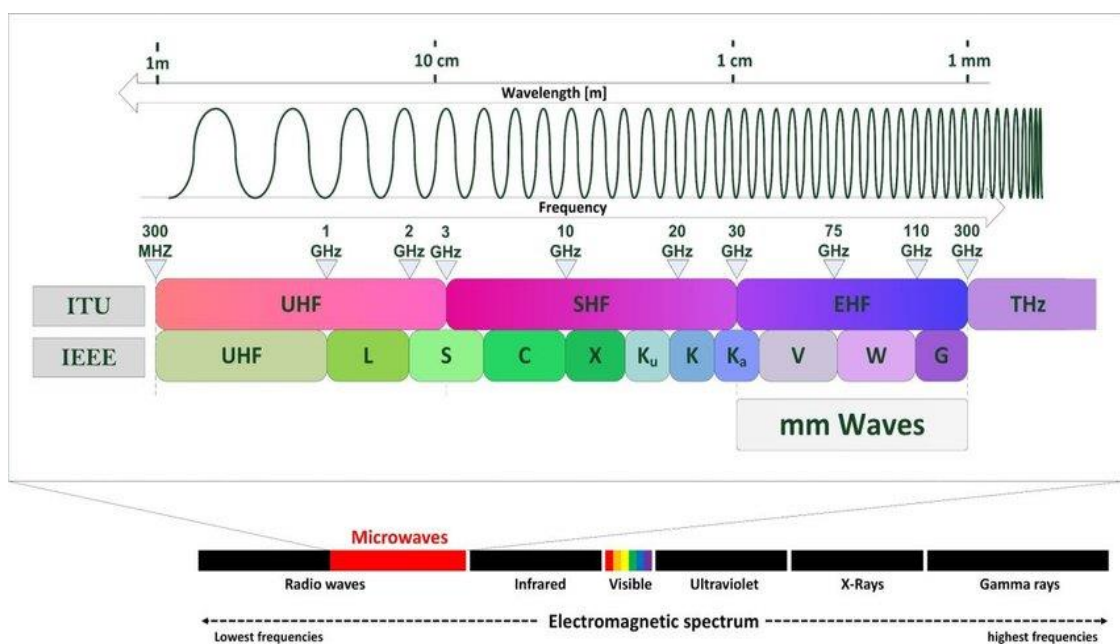


Figure II.1: les spectres électromagnétiques avec une illustration des bandes micro-onde

### I.2.3 L'interaction avec la matière :

#### I.2.3.1 Cas du rayonnement X:

Puisque le quantum d'énergie des photons (des rayons X) est très élevé d'être absorbé par une transition des électrons pour la plus part d'atomes, le rayonnement X il est capable de extraire l'électron complètement à l'externe d'atome, c'est pour ça les rayons X sont classés comme des radiations d'ionisation, cette ionisation affecté par les rayons peuvent être apparait sous forme d'une photo ionisation par donné toutes l'énergie à l'électron ou par une polarisation de Compton avec donner une partie d'énergie à une électron et le reste pour un autre électron située au niveau plus bas (voir la figure I.2 A).

Un rayonnement X avec une suffisante énergie puissante peut créer une paire électron positron (voir la figure I.2 B).

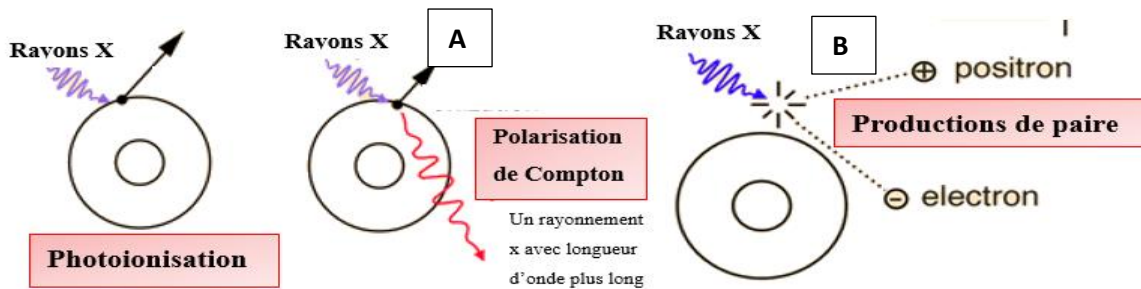


Figure I.2: l'interaction de rayonnement X avec la matière

### I.2.3.2 Cas du rayonnement micro-ondes:

Le quantum d'énergie d'un photon à la microonde est varié de 0.00001 à 0.001 eV qu'elle fait partie d'un domaine d'énergie où les effets sont séparés en deux, rotation moléculaire ou une torsion.

L'interaction des microondes avec les matières non-métalliques conductrices va être aux formes d'une rotation des molécules et au forme thermique aussi par la production de chaleur qu'il apparait à cause de rotation. Par contre les matières métalliques conductrices vont absorber ce rayonnement qui va causer un courant électrique qui produit à son tour une chaleur aussi.

La plusieurs matières sont considérées comme transparent à ces ondes, d'autre part les microondes ne sont pas capable de créer des ionisations à cause de sa basse énergie

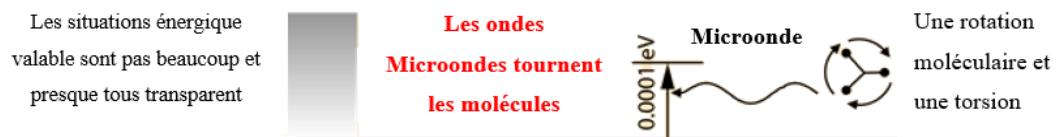


Figure I.3: l'interaction de rayonnement micro-onde avec la matière

## I.3 Les poudres Nanostructurées :

Le poudres nanostructurées ou par un autre nom les nanoparticules sont des particules ont une taille entre 1 et 100 nanomètres et ils sont fabriqués par carbone, métal, oxyde métallique, ou par une matière organique...etc.

### I.3.1 la classification de nanoparticules :

#### I.3.1.1 Selon les démontions:

- A- Nanoparticules de 0 dimension : sont des particules où la longueur, la hauteur et même la largeur est fixée au point, sous forme dispersée, aléatoire ou organisée, comme les nano dots.
- B- Nanoparticules de dimension 1 : un des trois paramètres n'est pas fixé au point par contre les deux autres qui sont fixés à un point tel que tel que : le graphène
- C- Nanoparticules de dimension 2 : des particules qui ont une longueur et une largeur par exemple le nanotube de carbone
- D- Nanoparticules de dimension 3 : ont les 3 paramètres (longueur, largeur et hauteur) et comme un exemple les nanoparticules d'or

### **I.3.1.2 Selon la forme:**

Il y a plusieurs formes que peut prendre par les nanoparticules comme la forme sphérique, cylindrique, tubulaire, conique, noyau creux, spirale, plat, etc. ou irrégulières et diffèrent de 1 nm à 100 nm en taille. La surface peut être uniforme ou irrégulière avec des variations de surface. Certaines nanoparticules sont cristallines ou amorphes avec des solides monocristallins ou multicristallins en vrac ou agglomérés, il y a d'autre part on peut classer les nanoparticules selon leurs formes à :

- Points quantiques
- Nanofils
- Nanorubans
- Nanorubans
- Nanotiges
- Nanotubes

### **I.3.1.3 Selon les composants:**

Les nanoparticules sont généralement classées en matières organiques, inorganiques et carbonées.

#### **I.3.1.3.1 Nanoparticules organiques**

Ces nanoparticules sont biodégradables, non toxiques, communément connus sous le nom de polymères aussi. Certaines particules ont un noyau creux, ils sont sensibles à la chaleur et aux rayonnements électromagnétique Les nanoparticules organiques sont les plus largement utilisées dans le domaine biomédical, car ils sont efficaces et peuvent également être injectés sur des parties spécifiques du corps, également appelées livraison ciblée de médicaments.

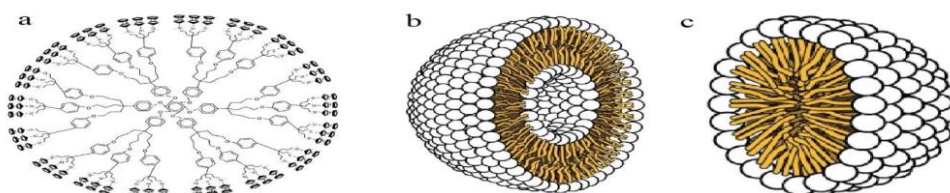


Figure 1.4: la construction des nanoparticules inorganique

### I.3.1.3.2 Nanoparticules inorganiques

Les nanoparticules inorganiques sont des particules qui ne sont pas constituées de carbone.

Qui sont

1- : *À base de métal :*

Des nanoparticules qui sont synthétisées à partir des métaux à des tailles nanométriques soit par Les méthodes destructrices ou constructives, d'autre part presque tous les métaux peuvent être synthétisées en leurs nanoparticules.

Ce type de nanoparticule a des tailles faibles entre 10 à 100 nm et a une surface des caractéristiques telles que le rapport surface/volume élevé. Ils sont sensibles aux facteurs environnementaux tels que l'air, l'humidité, la chaleur et la lumière du soleil, etc.

2- *A base d'oxydes métalliques :*

Les nanoparticules à base d'oxyde métallique sont synthétisées pour modifier les propriétés de nanoparticules métalliques respectives, Ces nanoparticules possèdent des propriétés exceptionnelles par rapport à leurs homologues métalliques

### I.3.1.3.3 Nanoparticules à base de carbone :

Les nanoparticules entièrement constituées de carbone sont dites à base de carbone. Ils peuvent être classés en fullerènes, graphène, nanotubes de carbone (CNT), nanofibres de carbone et noir de carbone et parfois du charbon actif de taille nanométrique et sont présentés sur la Figure

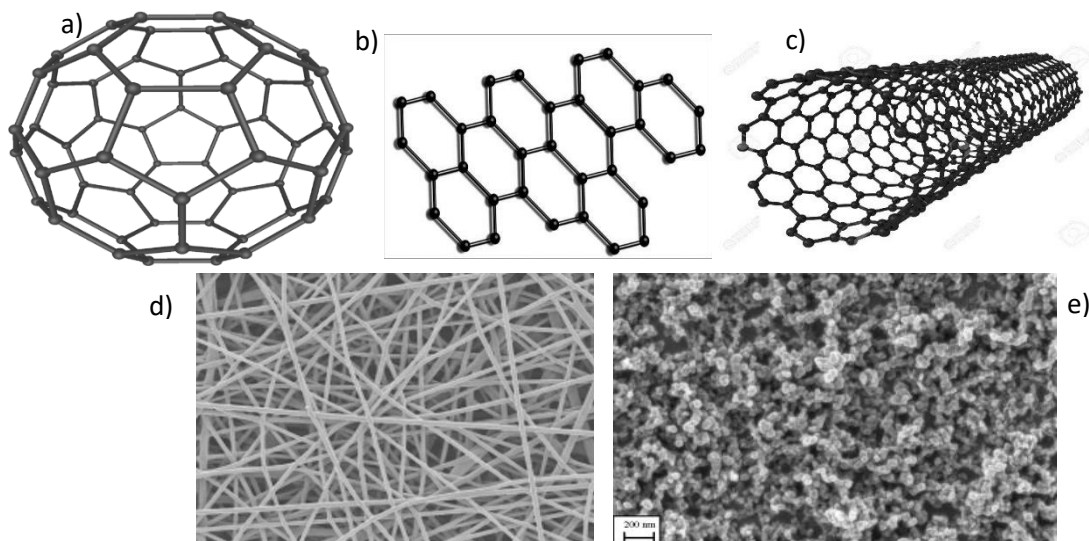


Figure I.5: la construction des nanoparticules à base de carbone (a- a – fullerènes, b – graphène, c – nanotubes de carbone, d – nanofibres de carbone et e – le carbone noir)

### I.3.2 Méthodes de Nanostructuration :

L'obtention des nanoparticules s'effectue selon deux approches ou on dit deux types de synthèses de nanostructure selon le matériau requis, on choisit la méthode convenable :

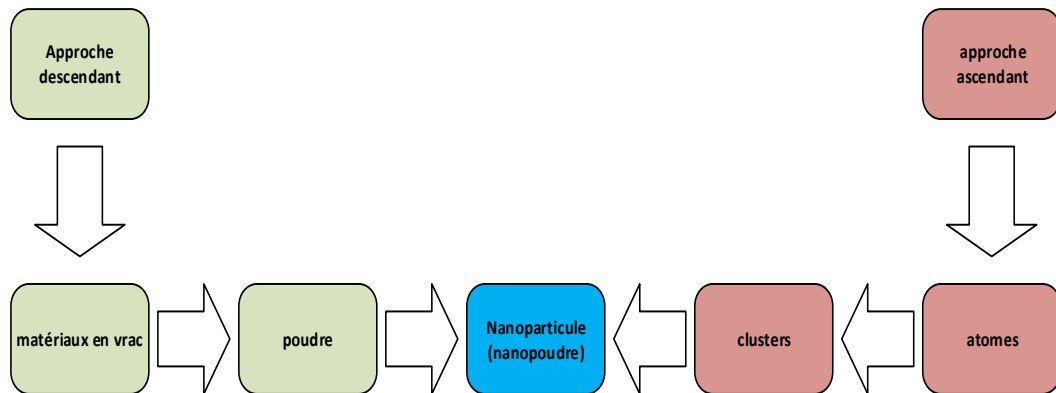


Figure I.6 : les approches de nano-structuration

#### I.3.2.1 Approches « top down »:

Dite approche descendant aussi, Ce procédé se reporte au tranchage, ou à la coupe, à la cassure ou à la gravement des matériaux en vrac en petits morceaux de dimension nanométrique. il est fait par des divers méthodes physiques limités et couteux, il est requis le maintien de certain conditions expérimentales pour un long temps, et des méthodes chimique frugaux et versatile, il n'est pas convenable pour la synthèse des nanoparticule oxyde métallique, car la compression physique va résulte des contaminations et des distorsions.

D'autre part Il est utilisable au plusieurs domaines tel que l'électronique, catalysés, biomédecine, on peut mentionner :

##### I.3.2.1.1 Méthodes mécaniques : le broyage avec les billes :

Est une méthode d'écrasement, pour écraser et mélanger les matériaux en vrac donnant des petites particules avec des dimensions à nano-échelle utilisant des billes avec des différents tailles (un diamètre varie généralement de 5 à 10 mm), et des divers matières (généralement les billes sont de fer, de tungstène ou de céramiques). Elle est basée sur l'effet de gravitation, de centripète, ou magnétique.

Les paramètres qui contrôlent le broyage :

- **le type de broyage :** le choix de méthode return au type de matériau voulu, les types sont divers en puissance qui varie de la basse puissance comme Moulin à billes passant par des méthodes à puissance moyenne tel que moulin à attriteur, broyeur à boulets planétaire,

arrivant à des méthodes à haute puissance comme le broyeur à boulets vibrants et broyeur magnétique,

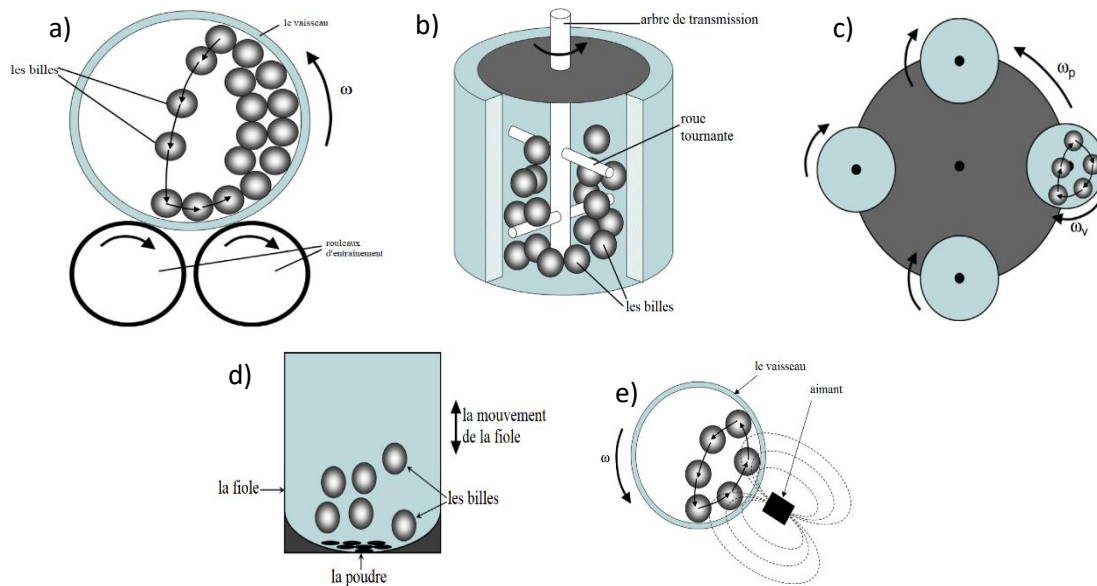


Figure I.7 : les divers types de broyage (a- Moulin à billes, b- moulin à attriteur, c- broyeur à boulets planétaire, d-broyeurs à boulets vibrants e- broyeur magnétique)

- **Conteneur de broyage** : le matériau constituant et la forme affecter le broyage
  - **Énergie/vitesse de broyage** : plus le broyeur tourne vite, plus sera l'apport d'énergie dans la poudre.
  - **Durée de broyage** : Les temps nécessaires varient selon le type de broyeur utilisé, le broyeur réglages, intensité du broyage, rapport boule/poudre (BPR) et température de broyage.
  - **Milieu de broyage** : Plus la densité du milieu de broyage est élevée, plus il acquiert d'énergie cinétique pendant le broyage et cela peut être transféré à la poudre.
- Rapport poids boule/poudre** : généralement, plus le BPR est élevé, plus la MA est rapide traiter. Cependant, ce traitement plus rapide peut également introduire des niveaux de contamination élevés dans la poudre, et cela devrait être évité ou au moins minimisé.
- **Degré de remplissage du flacon** : Si la quantité de billes et de poudre est très faible ou tres grand, alors le taux de production est très faible. Environ 50 % ou un peu plus de l'espace du flacon doit être laissé vide pour un meilleur taux de production.
  - **Atmosphère de broyage** : il affecte la nature et le degré de contamination de poudre.

- **Température de broyage** : surtout au système d'alliage.

#### **I.3.2.1.2 Méthodes physiques : Lithographie :**

Est une méthode utilisée pour la fabrication de structures unidimensionnelles et bidimensionnelles, où au moins une des dimensions latérales est d'ordre nanométrique, elle est basée sur l'utilisation de des particules de base comme les photons (lithographie optique) ou les électrons,

#### **I.3.2.2 Approches « bottom up »:**

Dite approche ascendante aussi, Au ce synthèses les nanoparticules sont formé atome par atome, molécule par molécule ou cluster par cluster, donc ces dernières sont utilisées comme des composants élémentaires pour la construction d'architectures nanostructurées de complexité variable. Il est capable de réaliser des nanoparticules très complexes, qu'ils sont difficile à réussir avec l'approche top down

Les méthodes de cette approche sont classées à des méthodes physiques et chimiques.

##### **I.3.2.2.1 Méthodes physique :**

Ils sont basés généralement sur l'évaporation puis la condensation des matériaux fondamentaux pour la construction des nanoparticules, ses processus sont utilisables pour la construction des divers types de nanopoudre tel que :

- les nanoparticules à 0 dimension (par la condensation de gaz inerte),

- les revêtements minces (avec le vapeur physique),
- l'arrangement des couches (L'épitaxie).
- nanoparticule métallique, semi-conducteur et métaux oxydés (Pulvérisation, Arc Discharge).
- des nanotubes et fils carbonique (L'Ablation avec le laser, Arc Discharge).

Ces particules ont des différents qualités entre élever (celles de L'Ablation avec le laser) et basse.

Les paramètres qui contrôlent le produit final sont divers pour chaque méthode et ils sont résumé à la pression de gaz et de vapeur, les matériaux utilisés, la distance entre les deux électrodes, le temps de contact entre les atomes, la température et à la fin le niveau de vide

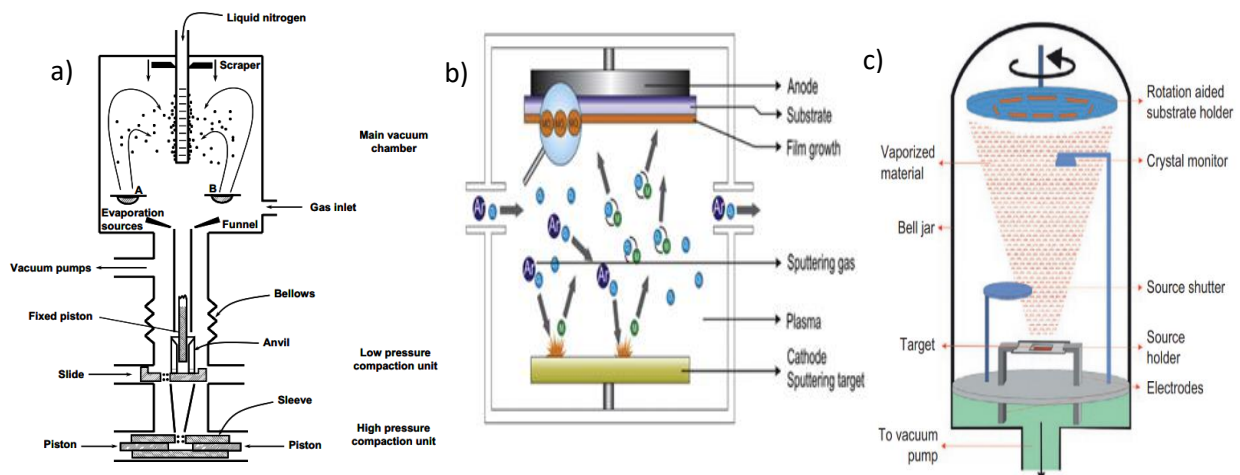


Figure I.8 : les diverses méthodes physique (a- condensation de gaz inerte, b- Pulvérisation c- le vapeur physique)

### I.3.2.2 Méthodes Chimique :

sont également appelées méthodes chimiques humides et ils sont utilisées pour la construction des divers types de nanoparticules, un de ces méthode constructive le CVA (Chemical Vapor Deposition), Spray Pyrolyses, Sol-Gel et le Synthèse colloïdale, des fois sont utilisé pour le renforcement de la réactivité chimique et l'amélioration de réaction au cas de synthèse assistée par micro-ondes et les synthèses sono chimiques.

Les paramètres généralement qui affectent ces processus sont le précurseur et la solution utilisée La pression de gaz inerte, La température de substrat, les propriétés des précurseurs, PH, la température selon le type de synthèse utilisé

### I.3.3 objectifs de la nanostructuration

La nanostructuration est utilisées pour adapter les structures des matériaux à des échelles extrêmement petites -au niveau moléculaire- et pour modifier leurs propriétés intrinsèques révolutionnaires d'où les matériaux peuvent être efficacement rendus plus solides, plus légers, plus durables, plus réactifs, plus semblables à des tamis ou de meilleurs conducteurs électriques, entrant aussi des autres caractéristiques selon l'application.

### I.4 Applications des poudres nanostructurées :

#### I.4.1 Matériaux d'absorption Radar (RAM) :

Le matériau absorbant le radar (RAM) est une classe spécialisée de matériau à base de polymère, utilisé à la surface des avions militaires furtifs, tels que le F-22 Raptor et le F-35 Lightning II, pour réduire la section efficace du radar SER et ainsi les rendre plus difficile à détecter par radar



### I.4.1.1 Le Mécanismes:

En couplant avec l'optimisation de géométrie les matériaux utilisent deux principaux mécanismes pour la réduction qui sont l'absorption de l'onde incidente et la suppression de l'onde réfléchi,

D'autre part généralement si la fréquence de fonctionnement du dispositif radar est connue il est possible de réaliser des RAMs qui relâchent les ondes à la direction opposé, mais ils sont capables d'être utilisé dans une bande étroite seulement, il est également possible d'utiliser des matériaux à pertes qu'ils transfèrent l'énergie en chaleur et qu'ils sont capable de fonctionner dans une large bande fréquentielle.

Pour obtenir la réalisation parfaite du premier cas (celle de réflexion) il faut voir une coefficient de réflexion tend vers 0 de toute l'énergie entre le matériau absorbant, tel que ce coefficient est donner par :

$$\Gamma = \frac{Z_C - Z_0}{Z_C + Z_0} \quad (I.1)$$

D'où  $Z_C$  impédance caractéristique de notre matériau absorbant,  $Z_0$ =l'impédance caractéristique du vide, égale à  $120\pi \Omega$

La capacité d'un matériau à transférer l'énergie en chaleur est déterminée par la partie imaginaire de sa permittivité  $\epsilon$  et de sa perméabilité  $\mu$  de tel sort les relations de les deux sont donné par :

$$\epsilon = \epsilon' + j \epsilon'' = \epsilon_0 (\epsilon_r' + j \epsilon_r'') \quad (I.2)$$

$$\mu = \mu' + j \mu'' = \mu_0 (\mu_r' + j \mu_r'') \quad (I.3)$$

Tel que :  $\epsilon_0$  permittivité de vide et  $\mu_0$  est la perméabilité de vide

$\mu_r'$  et  $\epsilon_r'$  sont les composants réel de perméabilité et de permittivité successivement qui sont responsable à déterminer l'énergie stocké

$\mu_r''$  et  $\epsilon_r''$  sont les composant imaginaire de de perméabilité et de permittivité successivement qui déterminent l'aptitude à dissiper l'énergie (perte)  $\epsilon_r''$  dépend à la conductivité de medium, et  $\mu_r''$  à l'intensité de magnétisation

On peut donc écrire la permittivité et la perméabilité de la façon suivante :

$$\epsilon = \epsilon' (1 + j \tan \delta_\epsilon) \quad (I.4)$$

$$\mu = \mu' (1 + j \tan \delta_\mu) \quad (I.5)$$

tel que  $\tan \delta_e$  et  $\tan \delta_\mu$  sont connus sous le nom de pertes électriques et magnétiques et ils sont exprimés la perte de milieu

#### **I.4.1.2 Les types de RAM:**

**I.4.1.2.1 les types selon la largeur de bande et le principe de travail :** on distingue deux types

a- Matériaux quarts d'onde :

Ils sont constitués de deux matériaux le premier c'est le revêtement et le deuxième c'est un métal, et la distance entre les deux est déterminée à partir de la longueur d'onde qu'on veut l'annuler, tel que la distance entre les deux doit être  $\lambda/4$  pour produire une onde de réflexion avec une phase inverse qu'il va donner une annulation d'onde incidente au cas de même amplitude ou au moins la diminue, ce type est utilisé pour une onde spécifique, donc sa largeur de bande est étroite, la méthode utilisée est basée sur la réflexion

b- Matériaux absorbants par transformation d'énergie :

À la place de réfléchir les ondes ce type de matériau en utilisant ses propriétés (perméabilité et permittivité) il va modifier la nature des ondes incidentes (transforme en chaleur) ou ses propriétés magnétiques par l'absorption ou bien par l'entrée des ondes à l'intérieur de l'avion, ce type est caractérisé par une large bande de travail.

#### **I.4.1.2.2 Les types de RAM nanostructurée utilisant aux micro-ondes :**

**1- RAMs à nano-cristaux :**

Ce type est caractérisé par l'augmentation de la surface, nombre d'atomes de liaison par rapport aux RAMs non-nanocristaux en raison de la taille des particules qui sont dans la gamme nanométrique, ça va conduire à une absorption mieux pour les micro-ondes, ils fonctionnent mieux pour les basses hyperfréquences,

La morphologie et la taille des RAMs à nano-cristaux jouent un rôle très important pour les pertes de réflexion, en tant que si le degré et l'étendue des cristallites augmentent, les pertes de réflexion RL augmentent et donc la performance aussi augmente.

**2- RAM Nano-composites Core-Shell:**

Sont des RAMs utilisés spécialement pour les problèmes d'interférence EM, ils ont une capacité importante d'absorber les ondes électromagnétiques, et car les matériaux purs n'ont pas des propriétés suffisamment pour l'absorption d'énergie de radiation, des divers

matériaux nanométriques sont utilisés pour la construction de ce type qui consistent. La construction de cette RAM peut améliorer des différentes propriétés, pas seulement celle d'électromagnétique, et les caractéristiques dépendent des composants utilisés

Ce type est caractérisé par une partie imaginaire de permittivité et de perméabilité divers de 0

### **3- RAM de matériaux inorganiques :**

Sont connues sous le nom de « les RAM des nano-composites avec les nanotubes de carbone » aussi, sont des RAM qui sont capables de réaliser une impédance proche à celle de l'espace libre qui va conduire comme on a vu avant (le mécanisme de RAM) à une réflexion proche à zéro

Cette méthode combine entre l'amélioration de l'impédance caractéristique et l'augmentation des pertes de réflexion

L'épaisseur de cette RAM contrôle la position de maximum pic des pertes de réflexion, de telle sorte qu'il va causer une augmentation à la fréquence de pic s'il est diminué.

### **4- RAM à Nano-composite de carbone nanostructurée et polymères :**

Un matériau absorbant construit par l'insertion de matériaux spécifiques avec des nanotubes de carbone. Ce type de RAM est caractérisé par le poids léger, et sa haute puissance d'absorption à la gamme de GHz,

La RAM à nano-composite de carbone a de nombreuses applications, à cause de sa fréquence de meilleur fonctionnement qui peut changer seulement par le changement de la concentration de nanotube de carbone, de telle sorte que si la concentration augmente le pic de réflectivité passe à une fréquence plus inférieure, et les pertes de réflexion aussi augmentent

## **I.4.2 Blindage des interférences électromagnétiques (EMI)**

Un blindage électromagnétique est un paravent conducteur qui sépare l'espace en deux zones, l'une contenant le dispositif à protéger, alors que l'autre contenant des sources de champs électromagnétiques.

Donc il a pour le but d'accroître l'immunité électromagnétique d'un dispositif et de diminuer l'émission des ondes indésirables. Il se comporte comme une barrière vis-à-vis des phénomènes de perturbations électromagnétiques, isolant les constituants électriques ou confinant les sources d'émission dans un volume restreint (Figure I.8)

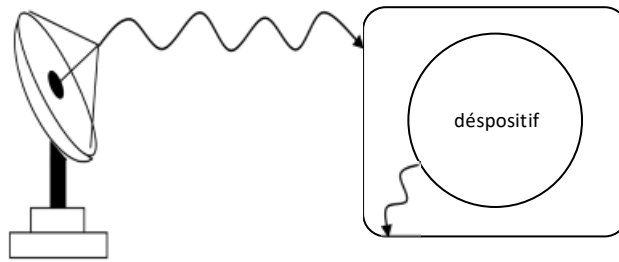


Figure I.9 : blindage électromagnétique extérieur et intérieur

### I.4.2.1 Le Mécanisme du blindage électromagnétique

En utilisant un blindage électromagnétique la réflexion, l'adsorption et les réflexions internes multiples sont les trois cas possibles pour une onde électromagnétique (voir la Figure I.10)

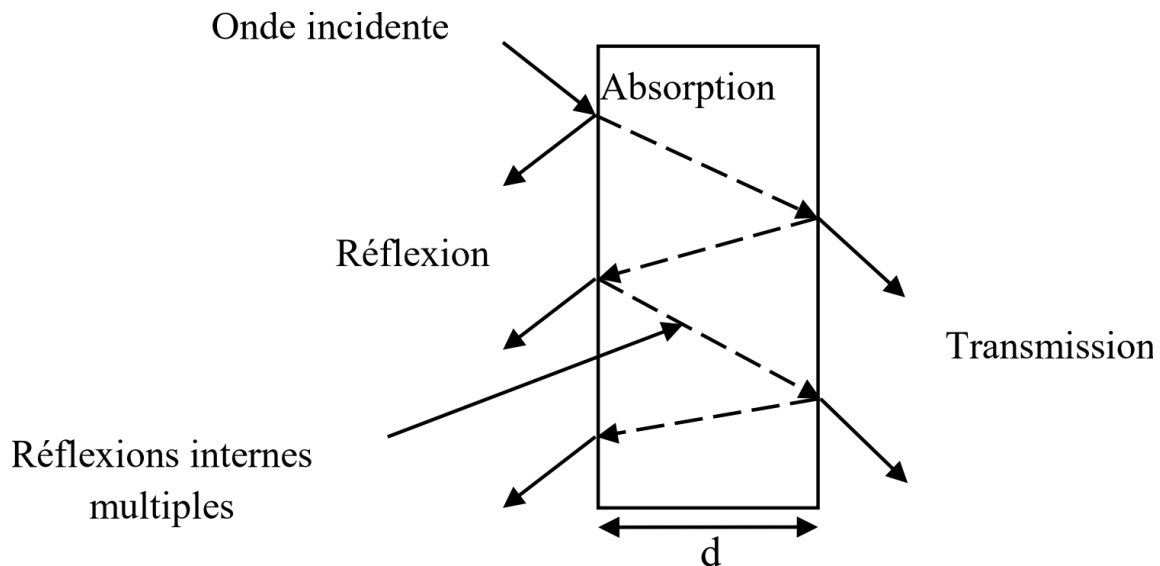


Figure I.10 : la mécanique de blindage électromagnétique

On trouve pour chaque cas des pertes associées qui sont :

- les pertes par réflexion : ce type de perte apparaît lorsque l'onde électromagnétique rencontre un changement de milieu, donc elle va être inadaptée
- les pertes par absorption : L'absorption est la perte due aux ondes électromagnétiques traversant une certaine épaisseur de matériau. Une partie pénètre dans la paroi et est atténuée par un facteur selon l'épaisseur ( $d$ ) et selon des autres paramètres qui caractérisent le matériel (magnétique, électrique ...ect).

- les pertes par réflexions et transmissions multiples : ces réflexions sont ignorées si l'épaisseur du matériau est très importante par rapport à l'épaisseur de peau, et la seule transmission initiale sera considérée. Il y a multiples réflexions se produisent entre les parois du blindage. La somme de ces termes diminue de façon importante l'efficacité de blindage totale.

Pour évaluer cet effet, l'efficacité électromagnétique est définie pour estimer la capacité d'un système ou d'un matériau à arrêter les interférences ou les ondes électromagnétiques qu'il a une expression donner par :

$$SE \text{ (efficacité de blindage EM)} = 20 \log \frac{|champ \text{ incident}|}{|champ \text{ transmis}|} = \frac{|champ \text{ sans blindage}|}{|champs \text{ après l'introduction de blindage}|} \quad (I.6)$$

L'efficacité du blindage électromagnétique peut être écrite en somme suivante :

$$(dB) = (dB) + (dB) + (dB) \quad (I.7)$$

Avec  $R_{dB}$ : représente les pertes par réflexions ( $R > 0$ ).

$A_{dB}$ : représente les pertes par absorption dans la paroi ( $A > 0$ ).

$M_{dB}$ : représente les réflexions et transmissions multiples additionnelles ( $M < 0$ ).

- La valeur négative de ce dernier facteur diminue l'efficacité de blindage

## **I.5 Conclusion :**

On a fait des études bibliographiques sur les RAM, leur évolution avec l'apparition des nanoparticules, les méthodes préparatoires de nano poudre pour l'utilisation à la production du RAM, les divers rayonnements entrant à nos expériences et leurs propriétés étaient présentées

*Chapitre II :*  
*Analyse par*  
*diffraction des*  
*rayons X*

## Chapitre II : Analyse par diffraction des rayons X

### II.1. Introduction

La diffraction des rayons X est une méthode fondamentale universellement utilisée pour la recherche sur l'étude des structures. C'est aussi grâce à ce phénomène que l'on peut déterminer pratiquement toute structure cristalline et ces propriétés.

### II.2. Rayons X

#### II.2.1. Définition

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques, caractérisés par une courte longueur d'onde qui délimite entre 0.1 (limite des rayons  $\gamma$ ) et 100 Å (limite de l'U.V lointain), c-à-dire ils ont une fréquence comprise entre  $10^{16}$  Hz et  $10^{20}$  Hz, et en terme d'énergie, elle varie de 0.1 à 100 KeV -8.05 KeV au cas de cuivre. L'énergie est quantifiée sous forme de photons produite à partir d'une transition électronique dans les couches internes atomiques ou par l'accélération et la décélération de particules chargées relativistes dans le cas de spectre du rayonnement électromagnétique émis.

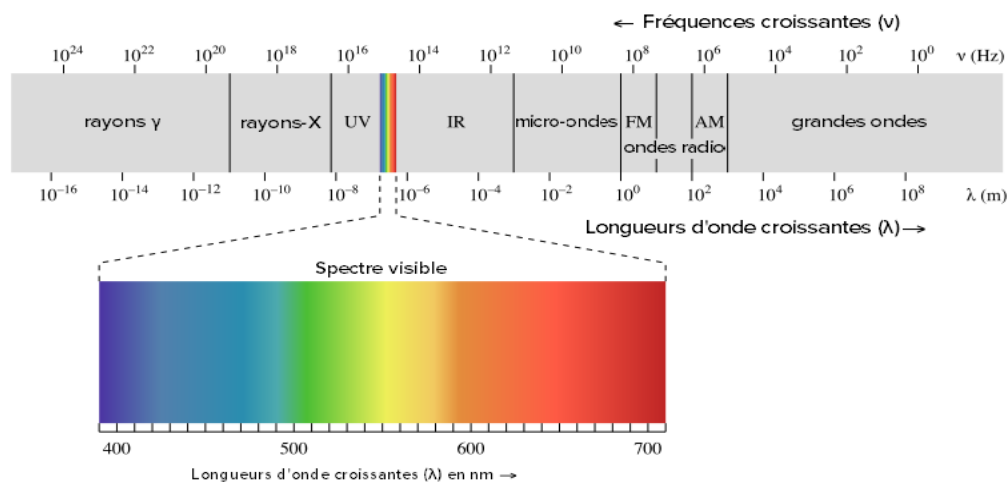


Figure II.1 les spectres électromagnétique

Il est utilisé aux plusieurs domaines comme :

- **médecine** : les radiations X ont des utilisations extensives, de radiographie qui est utilisée pour les analyses d'os, ils ont aussi été utilisés pour les traitements anticancer (mammalogie), et pour les analyses les plus détaillées de corps (analyses de computed tomography) et aussi pour lutter le cancer dans ces premiers jours.

- **chimie** : il est utilisable pour les recherches au niveau nanométrique (cristallin) en utilisant la diffraction X, et à des cas rare les rayons X sont utilisés à la diffusion nucléaire
- **Aéronautique** : utilisé à l'aéroport pour la vérification des bagages interdits .
- **Historique** : pour la vérification l'originale de l'encaustique

## **II.2.2. Production des rayons X: on distingue 3 méthodes en général :**

### **II.2.2.1. Le rayonnement synchrotron :**

Le rayonnement synchrotron est émis par des particules chargées, telles que des électrons ou des positrons, accélérées produites par des champs magnétiques intenses. Il est utilisable pour la diffusion nucléaire et pour la diffraction, Ce rayonnement est caractérisé par sa continuité de l'infrarouge lointain jusqu'aux rayons X, il a une grande intensité et une forte polarisation linéaire mais son intensité est décroissante au cours du temps. (Voir B à la Figure II.2 )

### **II.2.2.2. Excitation et désexcitation des couches internes des atomes :**

Pour l'excitation L'atome passer de l'état fondamental à un état excité par éjection d'un électron à cause d'une énergie incidente plus grand que celle de l'atome, ce différence d'énergie transfère à une énergies cinétique qui vas libérer un photoélectron (rayon x) .(voir A à Figure II.2)

Pour la désexcitation les rayons X apparaitre à cause d'une transition d'un électron d'une couche plus externe à une couche plus interne. (Voir A à Figure II.2)

Pour cette méthode juste certain transitions seulement sont permises d'une émission X, et ces différents transitions donne des parfois des radiations de même type avec un quantum d'énergie divers, c'est qu'ont appelés les doublets de spin comme  $K\alpha_1$  et  $K\alpha_2$

### **II.2.2.3. Les "tubes X" de laboratoire pour la "XRD"**

Les rayons X sont obtenus à partir d'un impact d'électrons, émis par une cathode chauffée et accélérés par un champ électrique, sur une anode métallique- on a appelé anticathode-. Un des problèmes major de ce système le besoin de refroidissement d'anticathode.

D'autre part en pratique un tube à anticathode est produit généralement par une matière qui résiste la puissance très élevée et a un point de fusion élevé comme le cuivre. (voir C à Figure II.2)



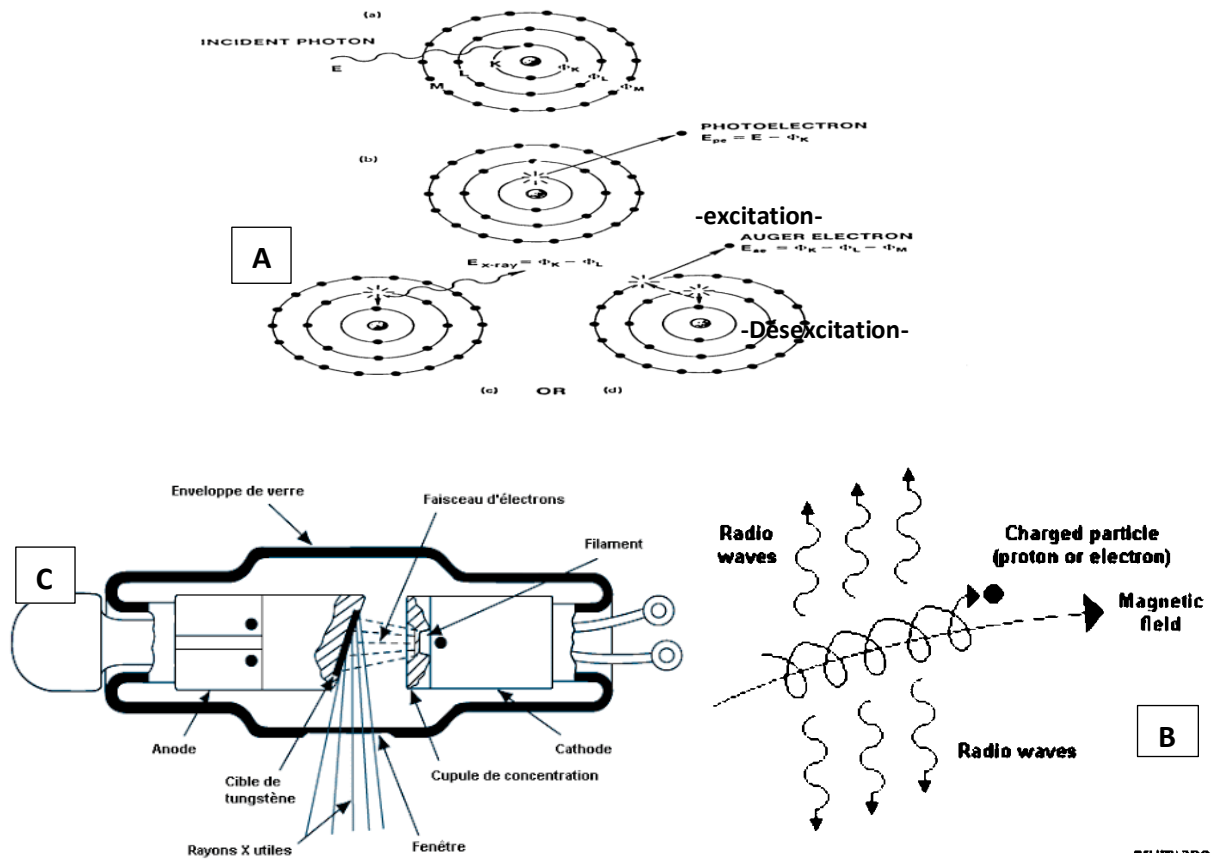


Figure II.2 Les méthodes qui provoquent les rayons X

### II.3. Diffraction des rayons X par la matière cristallisée :

#### II.3.1. Structure de la matière :

Dans la nature on peut distinguer deux types de matière cristallins et amorphes

Les corps amorphes ont des atomes qui donnent une structure interne désordonnée (comme un liquide en générale). D'autre part la structure cristalline est caractérisée par l'arrangement des atomes dans un cristal, ce dernier est un corps solide qui a une structure réticulaire et composé par des atomes (ions) répartis suivant une succession déterminée qui se produit périodiquement dans les trois dimensions

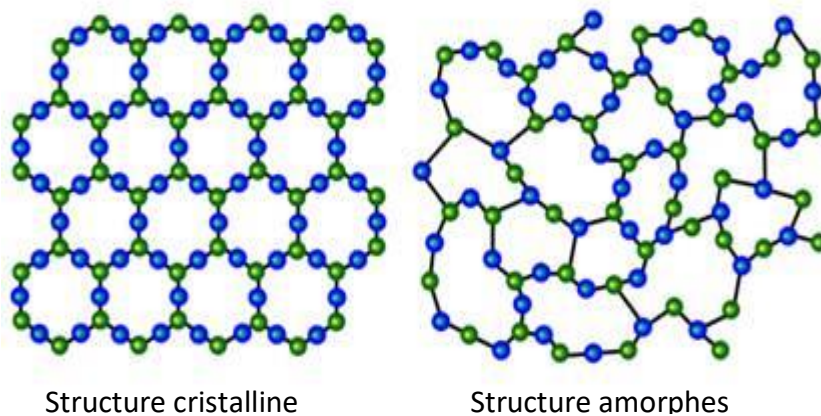


Figure II.3 : les types de structure de matière

Un réseau cristallin est un ensemble des points qui consistent des nœuds, qu'ils sont occupés par des atomes ou non, répètent périodiquement et qu'ils sont identifiés à partir du vecteurs de system. Tous les nœuds sont groupés dans des plans parallèles équidistants appelés plans réticulaires, la distance entre deux plans voisins de la même famille est la distance inter réticulaire notée  $d_{hkl}$

Le cuivre a une structure cristalline cubique à face centré, avec un autre mot les nœuds de son réseau sont situés aux huit sommets d'un cube et au centre de chacune des faces de ce cube (voir **Figure II.4**)

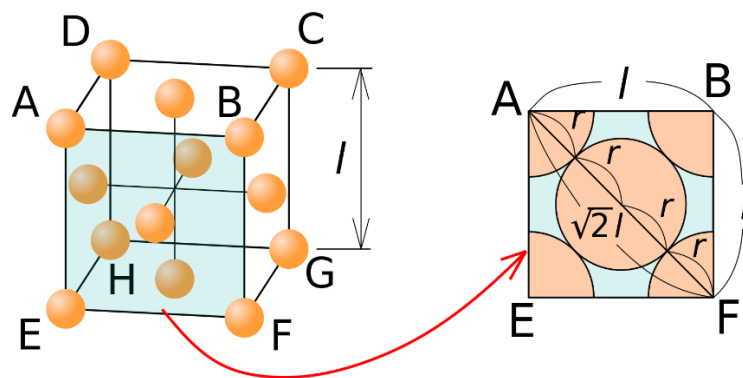


Figure II.4 : une structure cristalline cubique à face centré

### II.3.2. Principe général de diffraction de poudre :

La poudre "idéale" (poly cristallins) est constituée par un très grand nombre de cristallites (monocristaux) à orientations aléatoires supposées parfaitement statistiques. Pour certain famille du plan  $hkl$  il existe toujours des cristallites qui réussissent la relation de Bragg :

$$2d_{hkl}\sin\theta_{hkl}=n\lambda \quad (\text{II.1})$$

Tel que  $d_{hkl}$  : est la distance entre chaque deux plans successives qui diffractent les rayons X

$n$  :  $\in \mathbf{Z}^*$  est l'ordre d'interférence

$\lambda$  : la longueur d'onde de diffraction

$\theta$  : est l'angle de diffraction,

$(h, k, l)$ : sont les indices de Miller correspondent à les plans qui reflète diffractent les ondes émis

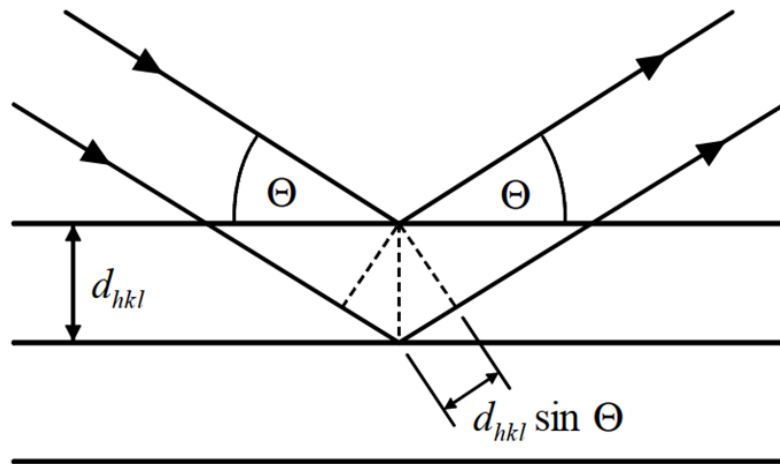


Figure II.5 : une représentation de la relation de Bragg

Pour qu'il y ait diffraction d'une onde dans une direction donnée, il faut que toutes les mailles d'un cristal (tous les nœuds d'un réseau) diffusent un rayonnement en phase dans cette direction, ou par un autre mot quand la différence de marche entre les rayons incidents et les rayons diffractés par les atomes est égale à un nombre entier de fois la longueur d'onde, l'interférence donc est constructive dans des directions discrètes de réflexion sélective appelées réflexions de Bragg. (la Figure.6 A)

En retournant au poudre, le bombardement de cette dernière va donner des raies dirigées vers des différents orientations formant des surfaces coniques autour l'axe du rayons X incidentes. (voir la Figure.II B)

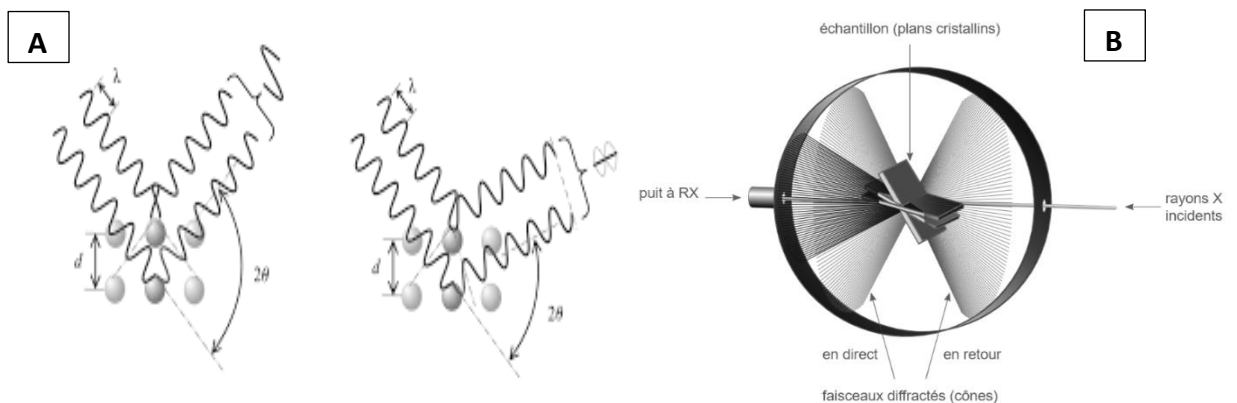


Figure II.6 : les réflexions de Bragg avec surfaces coniques autour l'axe du rayons X incidentes

L'objectif de cette de méthode est :

- Détermination de la composition de mélanges de phases cristallisées
- Analyses structurales de solides cristallisés d'identifier les formes cristallographiques ou phases

- Déterminer les contraintes internes et les textures
- Caractériser la surface d'un matériau.

Les mesures de diffraction des rayons X (dans notre cas sur poudres) nous fournissent la valeur de l'intensité pour chaque angle  $2\theta$ . A partir de ces valeurs on trace un diagramme de diffraction des rayons X-diffractogramme-.

Comme de la façon analogue à celui du cuivre ci-après (Fig.):

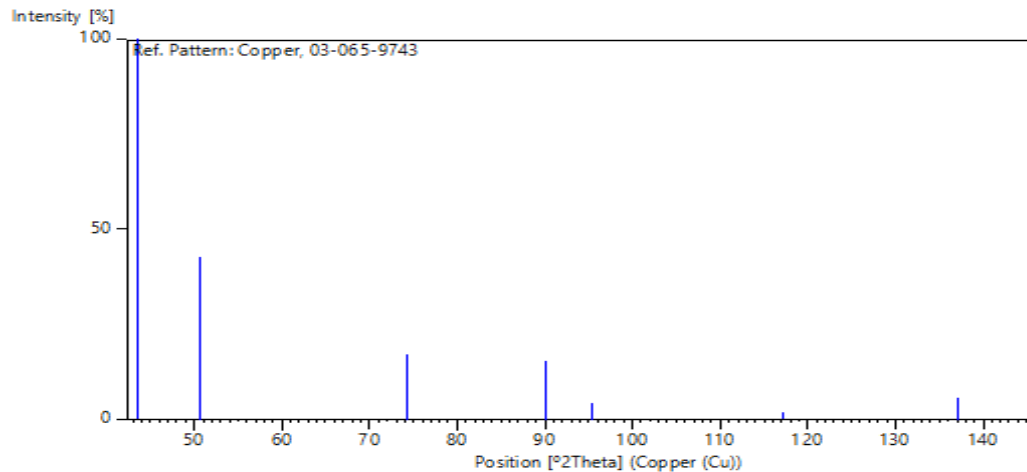


Figure II.7 :le diffractogramme de fcc cuivre

### II.3.3. Diffractomètre en géométrie Bragg-Brentano :

#### II.3.3.1. Principe de travail et sa structure :

Dans les diffractomètres à géométrie Bragg-Brentano le faisceau incident issu du foyer "F" des rayons X, diverge jusqu'à l'échantillon plan E Le détecteur est placé en "f", point de focalisation symétrique de "F" par rapport à la normale à la surface plane de l'échantillon E.

Avec cette géométrie, le rayon "r" du cercle de focalisation (qui passe par F,E et f) est différent pour chaque valeur de  $\theta$  tel que :  $r=R/(2\sin\theta)$

Donc en fait une focalisation approchée, d'autant meilleure que "r" est grand ( $\theta$  petit) et que l'angle d'ouverture du faisceau incident est limité

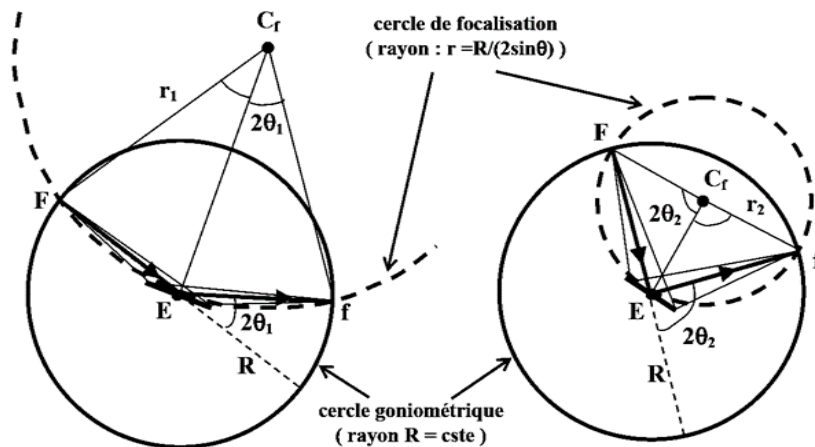


Figure II.8 : géométrie Bragg-Brentano

### II.3.3.2. le porte-échantillon :

Peut-être rectangulaire ou circulaire même l'empreinte dans laquelle est disposée la poudre peut elle aussi, elle est avec des dimensions variables de 1 à 2 cm et sa profondeur est choisie pour assurer une absorption quasi complète d'un faisceau RX perpendiculaire à la surface, Cette dernière doit être assuré le niveau "0" du goniomètre sans crée une rugosité de surface.

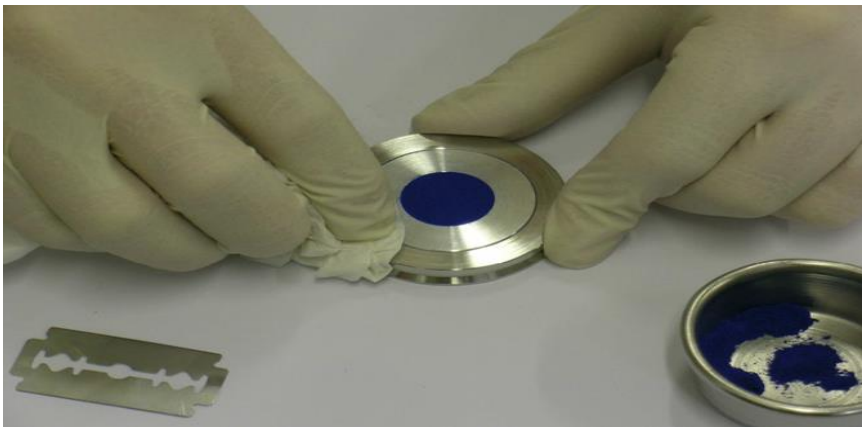


Figure II.9 : le porte-échantillon

### II.3.3.3. Les modes d'utilisation : on distingue deux modes :

**II.3.3.3.a-Mode  $\theta/\theta$**  : il est caractérisé par :

- L'échantillon horizontal est fixe.
- La source et le détecteur tournent de façon symétrique
- Plus coûteux que le mode 2 à cause de la rotation du tube RX

**II.3.3.3.b-Mode  $\theta/2\theta$** : il est caractérisé par :

- La source est fixe.

- Quand l'échantillon tourne d'un angle  $\theta$ , le compteur tourne d'un angle  $2\theta$ .
- il a un problème de chute de la poudre lorsque  $\theta$  est très grand

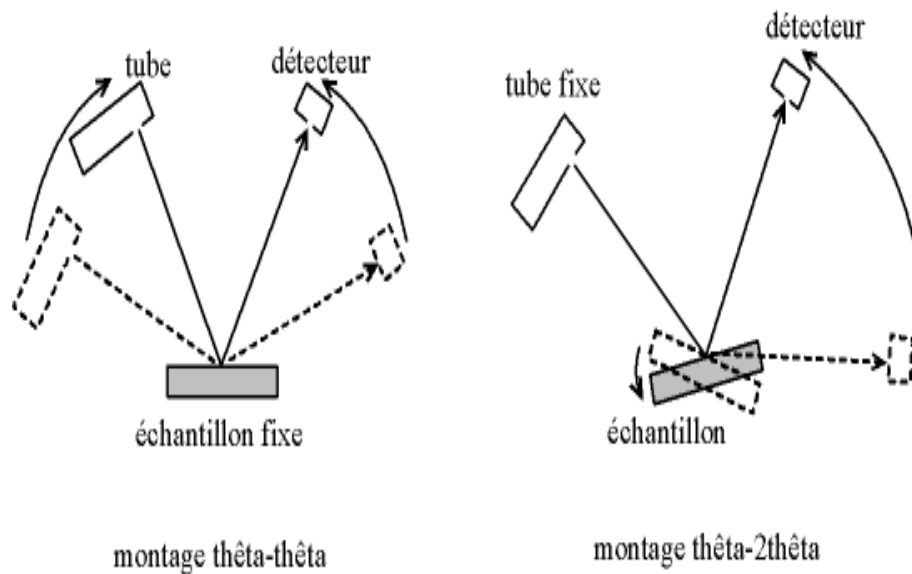


Figure II.10 : Les modes d'utilisation de la diffractomètres

#### II.3.3.4. Les modes d'enregistrements : il y a deux types :

II.3.3.4.a. en continu : déplacements angulaires à vitesse constante.

II.3.3.4.b. en "pas à pas" : depuis une valeur initiale  $2\theta_i$  jusqu'à une valeur finale  $2\theta_f$  par "pas" de  $\Delta 2\theta$  définie par l'utilisateur

#### II.3.3.5.les monochromateurs utilisés :

- les diffractomètres sont en général équipés de "monochromateur graphite arrière". Ce positionnement "arrière" permet l'atténuation d'un éventuel rayonnement qui se rajoute au fond continu du diffractogramme. Mais l'utilisation de graphite ne permet pas une résolution du doublet  $K\alpha_1-K\alpha_2$ .

### II.4.Analyse microstructurale :

#### II.4.1.les caractéristiques d'élargissement :

##### II.4.1.1.la fonction d'appareillage :

L'appareillage a un effet clair sur l'élargissement, il fait essentiellement intervenir la géométrie et l'optique du diffractomètre ainsi que la distribution de longueur d'onde de la source. L'élargissement est donc spécifique des conditions expérimentales utilisées.

on prend La fonction instrumentale de l'appareillage à partir de l'enregistrement du diffractogramme d'un composé standard supposé très bien cristallisé (les autres sources d'élargissement sont négligées), Ce dernier présente l'avantage de raies individualisées et après traitements des différents pics et déterminations de leurs largeurs intégrales respectives on peut tracer la courbe de résolution instrumentale :  $\beta_{ins} = f(2\theta)$

Pour évaluer la contribution instrumentale à l'aide de la fonction de pseudo-Voigt. Nous nous limiterons aux deux approches suivantes :

- L'ajustement du triplet (Uins, Vins, Wins ) de la loi de Caglioti qui caractérise l'élargissement des raies sur le diffractogramme du standard utilisé
- Distinction les diverses contributions gaussiennes et lorentziennes, il est nécessaire d'avoir fait ce travail préalable pour la fonction instrumentale

#### II.4.1.2. Domaines cohérents :

Pour les domaines cohérents, dans la poudre issue d'une préparation il n'y a pas "une taille de cristallites" mais une distribution de tailles peut être faite par un certain nombre de caractéristiques :

- paramètres d'une distribution :

**a-Mode:** valeur  $L_M$  de  $L$  qui a la plus grande fréquence. La distribution peut être uni modal (1 seul maximum de densité) ou multimodale

**b-Médiane:** valeur de  $L$  qui partage la population des cristallites en deux quantités égales.

**c-Moyenne:** on peut définir plusieurs types de moyennes. La plus courante est la moyenne arithmétique:

$$\mathbf{L} = \frac{\Sigma(N*L)}{\Sigma N} \quad \text{(II.2)}$$

Cette moyenne correspond à l'Espérance Mathématique dans le cas d'une fonction de densité continue.

- fonctions de distribution :

Cette fonction est généralement décrit la variation de densité en fonction de taille.

Les fonctions les plus souvent rencontrées sont:

- a- la fonction de Gauss normale :

Densité normalisée de paramètres  $L_M$  (mode) et  $\sigma$ :

$$f(L) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} * e^{-\frac{1}{2}\left[\frac{L-L_M}{\sigma}\right]^2} \quad (\text{II.3})$$

De tel sort que : espérance mathématique de L = LM ; variance (L) =  $\sigma^2$  et f(L) est la fonction de densité tracé

b- la fonction Log-normale ou loi de Galton :

$$f(L) = \frac{1}{\sigma L\sqrt{2\pi}} * e^{-\frac{1}{2}\left[\frac{\ln(L)-m}{\sigma}\right]^2} \quad (\text{II.4})$$

Où l'espérance mathématique de L =  $e^{m+\frac{\sigma^2}{2}}$  et la variance (L) =  $e^{(2*m+\sigma^2)}(e^{\sigma^2} - 1)$

- Si "p" plans (hkl) équidistants de  $d_{hkl}$  sont perpendiculaires au vecteur de diffusion R<sub>hkl</sub>, la dimension de la cristallite dans cette direction est  $L_{hkl} = p \cdot d_{hkl}$ .
- on peut décomposer tout le volume du domaine cohérent suivant : la taille moyenne apparente L<sub>V</sub> pondérée en volume, et la taille moyenne apparente L<sub>S</sub> pondérée en surface. Tel que :

$$\langle L \rangle_V = \frac{1}{V} \iiint_{(V)} t \cdot dV \quad (\text{II.5})$$

$$\langle L \rangle_S = \frac{1}{S_R} \iint_{(S_R)} t \cdot dS \quad (\text{II.6})$$

#### II.4.1.3. Contribution des micro-contraintes (microdéformations) :

Les microdéformations sont des variations locales des distances réticulaires d, entre d-Δd et d+Δd, produites par des distorsions cristallines non uniformes. Ces distorsions peuvent être générées par des défauts cristallins (dislocations) ou par des fluctuations locales de composition (solutions solides).

La relation entre l'élargissement Δ(2θ) des raies et le coefficient de distorsion ε peut être obtenue avec la différentielle logarithmique de la loi de Bragg ( $2 \cdot d \cdot \sin\theta = \lambda = \text{cste}$ ) :

$$\frac{\delta d}{d} + \frac{\delta(\sin\theta)}{\sin\theta} = 0 \quad (\text{II.7})$$

$$\Delta(2\theta)(\text{rad}) = 2\Delta\theta = \beta_d = 4 \cdot \tan(\theta) \cdot \varepsilon \quad (\text{II.8})$$

"ε" ici est une valeur moyenne, car au sein des domaines cohérents il y a une distribution des déformations, -on peut l'ajoute à (II.8)-



$\varepsilon$  peut aussi être anisotrope et à l' "anisotropie de taille" s'ajoute alors l' "anisotropie de déformation"

#### II.4.1.4 extractions des diverses contributions

Les techniques les plus utilisées sont : (on a mentionné 2 seulement car au cas de l'utilisation de la fonction pseudo-Voigt et de son taux de mélange " $\eta$ ")

**II.4.1.4.a-la décomposition du pic en série de Fourier** : à partir des coefficients de la série de Fourier, on peut accéder à :  $L_s$  et  $\varepsilon^{1/2}$

#### II.4.1.4.b- fonction analytique pour simuler la raie de diffraction :

Dans ce cas l'analyse peut être effectuée sur une ou quelques raies sélectionnées, ou sur le profil global du diffractogramme, basé sur l'utilisation d'une fonction analytique pour simuler la raie de diffraction

Les différentes informations permettent d'accéder à :  $L_v$  et valeur maximum de  $\varepsilon$

La largeur observée ( $\beta_{obs}$ ) d'une raie est la convolution d'un élargissement d'origine instrumentale ( $\beta_{ins}$ ) et d'un élargissement lié au matériau ( $\beta_{mat}$ ) :

$$\beta_{obs} = \beta_{ins} * \beta_{mat} \quad (\text{II.9})$$

Avec : 
$$\beta_{mat} = \beta_L * \beta_d \quad (\text{II.10})$$

Pour obtenir  $L$  et  $\varepsilon$  il faut extraire les contributions  $\beta_L$  et  $\beta_d$  de l'observation expérimentale  $\beta_{obs}$

**Tel que**  $\beta_d$  et  $\beta_L$  sont les composantes de la contribution des micro-contraintes ("d") et de la contribution des tailles de cristallites ("L") respectivement pour  $\beta$

Et chaque composante a une composante lorentzienne et une autre gaussienne

Dans le cas général, les diverses contributions ont toujours un caractère intermédiaire entre le type lorentzien (l) et le type gaussien (g). On distingue ainsi :

$\beta_{obs,l}$  et  $\beta_{obs,g}$  pour  $\beta_{obs}$  ;

$\beta_{ins,l}$  et  $\beta_{ins,g}$  pour  $\beta_{ins}$  ;

$\beta_{mat,l}$  et  $\beta_{mat,g}$  pour  $\beta_{mat}$

$\beta_{L,l}$  et  $\beta_{L,g}$  pour  $\beta_L$  ;  $\beta_{d,l}$  et  $\beta_{d,g}$  pour  $\beta_d$

Pour séparer ces composantes il faudra faire appel à un certain nombre de relations empiriques entre les diverses largeurs intégrales.

D'autre part, suivant le niveau d'analyse souhaité, on peut souvent être amené à utiliser des hypothèses simplificatrices, suffisantes pour l'obtention d'un "bon ordre de grandeur".

L'extraction des informations microstructurales est pour l'ajustement des pics avec la fonction pseudo-Voigt, aussi pour définir les diverses approches pour la présentation du diffractogramme et pour le traiter.

## II.5. Les méthodes d'analyses microstructurales :

La diffraction de rayons X permettent d'avoir accès à des informations physiques sur les cristaux (leur taille et leur orientation) et elle se décline sous différents principes et techniques. Les analyses de profil de XRD sont des méthodes très forte et convient pour l'investigation de la taille des cristallites et grains, et on peut mentionner :

### II.5.1. méthode de Scherrer :

Un des méthodes les plus anciennes qui utilise la cristallographie pour déterminer la taille des nano cristallites, elle est relative à la taille de cristallite moyenne (moyenne en volume)  $L$ , d'une poudre à l'élargissement  $\beta$  de ses pics de diffraction de poudre (ignorant d'autres effets tels que la contrainte)

$$\beta = \frac{k\lambda}{L \cos \theta} \quad (\text{II.11})$$

Où  $\theta$  (degrés) est l'angle de Bragg c-à-dire l'angle de diffraction d'un maximum de la ligne,  $\lambda$  est la longueur d'onde de rayonnement en nanomètre ou en Angstrom ( $\text{Å}$ ) (en cas de cuivre  $\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 0.15405 \text{ nm}$ ), et  $K$  est la constante de forme (Shape factor) qui est proche de l'unité ( $K \approx 0,9$ , si la demi-largeur d'une pincé est prise, et  $K \approx 1$  pour la largeur intégrale) et ici elle est égale à peu pris 0.9, d'autre part  $\beta$  est appel la largeur physique de la réflexion en  $2\theta$  (radians),

Pour diminuer l'erreur instrumentale on utilise la formule suivant :

$$\beta^2_d = \beta^2_m - \beta^2_i \quad (\text{II.12})$$

Tel que  $\beta_m$  appel « la largeur mesuré » qui est mesurée comme la largeur à mi-hauteur ( $FWHM$ ) en radians et  $\beta_i$  c'est la largeur instrumentale due à l'instrument

Cette méthode est utilisée pour la détermination des tailles de cristallites et une ligne de diffraction est suffisante. La détermination de taille est faite à partir d'un graph tracé la variation de  $\cos \theta$  en fonction de  $1/\beta$

$$\cos \theta = \frac{k \lambda}{L \beta} \quad (\text{II.13})$$

Il est de la forme  $y=a*x$  donc il suffit de tracer  $\cos\theta = f(1/\beta)$  pour obtenir directement la taille moyenne des cristallites  $L$  (à partir de la pente  $a$ ).

### II.5.2. la méthode de Williamson-Hall :

La méthode de Scherrer était considéré juste pour les effets de la taille de cristallite sur l'élargissement de pic, mais elle ne parle pas sur les microstructures de réseau, c'est pour ça les chercheurs ont essayé de trouver des méthodes pour la considération de les microstructures de réseau et WH était un de ces méthodes, cette fois la variation était en fonction de  $\tan \theta$  au défaut de  $1/\cos \theta$ , la différence fondamentale entre les deux méthodes était à la largeur ( $\beta_{hkl}$  on peut l'appeler aussi  $\beta_{mat}$  ou  $\beta_{total}$ ) qui est la combinaison entre la taille de les petits grain et les microstructure (strain) :

$$\beta_{total} = \beta_{size} + \beta_{strain} \quad (\text{II.14})$$

En utilisant le model Uniform de déformation (UDM) de WH , on définit la déformation comme suit :

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan \theta} = \frac{\beta_{strain} * \cos \theta}{4 \sin \theta} \quad (\text{II.15})$$

Où  $\beta_{strain}$  est la largeur de l'extension du pic de microstructure, tandis que  $\beta_{size}$  est la largeur de la

taille cristallite qui est obtenu à partir d'équation de Scherrer donc :

$$\beta_{total} = \beta_{size} + \beta_{strain} = \frac{K\lambda}{L \cos \theta} + \frac{4\varepsilon \sin \theta}{\cos \theta} \quad (\text{II.16})$$

$$\beta_{total} * \cos \theta = \frac{K\lambda}{L} + 4\varepsilon \sin \theta \quad (\text{II.17})$$

$$\beta_{total} * \cos \theta = A + B \sin \theta$$

Il suffit de tracer  $\beta_{total} * \cos \theta = f(\sin \theta)$  pour obtenir directement le taux de microdéformation  $\varepsilon$  (à partir de la pente  $B$ ) et la taille moyenne des cristallites  $L$  (à partir de l'ordonnée à l'origine  $A$ ).

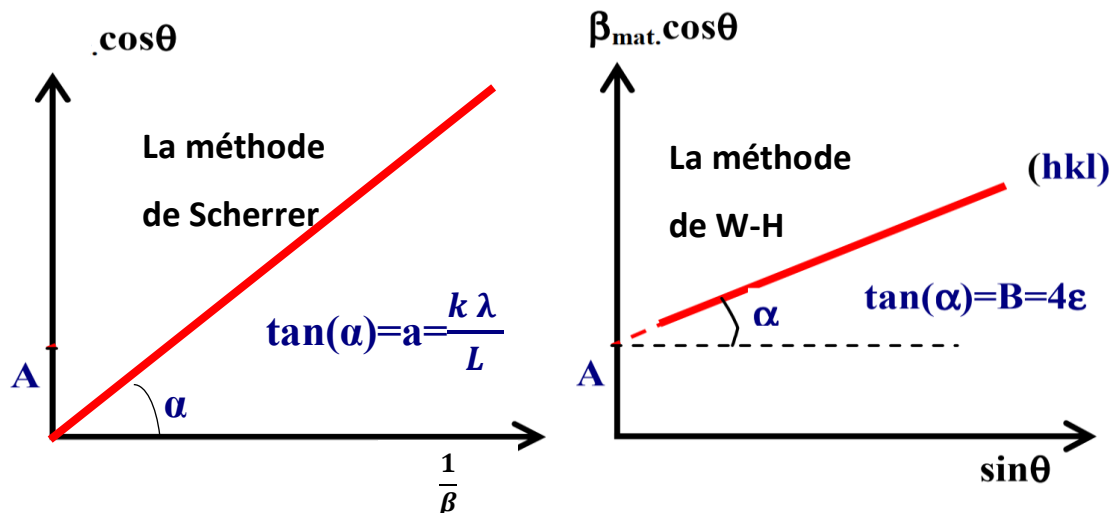


Figure II.11 : la représentation graphique de WH et de Scherrer

### II.5.3. La méthode de Halder–Wagner :

Le sujet fondamental de cette méthode basée sur l'hypothèse de la relation symétrique entre la largeur et la fonction de Voigt, selon cette fonction la largeur à mi-hauteur de la profile physique doit être considéré comme :

$$\beta^2_{hkl} = \beta_l \cdot \beta_{hkl} + \beta_g^2 \quad (\text{II.18})$$

$\beta_l$  et  $\beta_g$  sont les largeur à mi-hauteur du fonctions lorentzienne et guassienne respectivement

Cette méthode est concentrée sur les pics avec un faible et moyen angle, où l'interférence du pic de diffraction est moins, et l'équation utilisé au halder-wagen est donné par :

$$\left(\frac{\beta^*_{hkl}}{d^*_{hkl}}\right)^2 = \frac{1}{L} \cdot \frac{\beta^*_{hkl}}{d^*_{hkl}} + \left(\frac{\varepsilon}{2}\right)^2 \quad (\text{II.19})$$

Tel que :

$$\beta^*_{hkl} = \beta_{hkl} \cdot \frac{\cos\theta}{\lambda} \quad (\text{II.20})$$

$$d^*_{hkl} = 2d_{hkl} \cdot \frac{\sin\theta}{\lambda} \quad (\text{II.21})$$

L'équation ( ) est en forme de :  $y=a*x + b$ , tel que:  $a=\frac{1}{L}$  et  $b=\left(\frac{\varepsilon}{2}\right)^2$

On trace la variation de  $\left(\frac{\beta^*_{hkl}}{d^*_{hkl}}\right)^2$  en fonction de  $\frac{\beta^*_{hkl}}{d^*_{hkl}}$ , la pente va donner la taille de cristallites

et on peut aussi déterminer la déformation à partir du graph résultante (**figureII.12** )

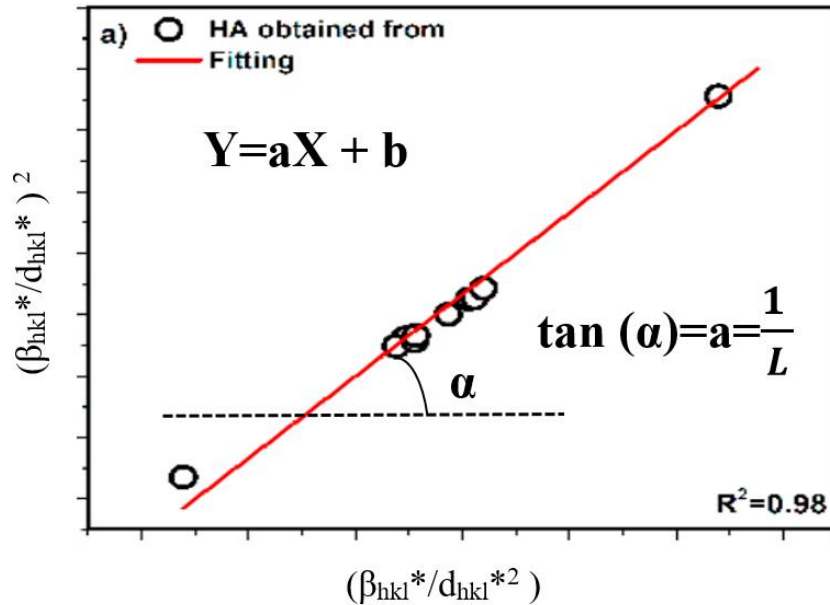


Figure II.12 : la représentation graphique de Halder Wagner

#### II.5.4. la méthode de SSP (Size Strain Plot Method)

Elle est utilisée pour les analyses des très grands angles de réflexion, elle donne des très bons résultats pour le cas dont l'élargissement est isotrope à cause de son grand angle, sa diffraction, les données de DRX qui sont avec une très basse qualité, et l'interférence de pics d'autre mot on dit les conditions convenables pour l'utilise

La largeur totale est donnée par :

$$\beta_{total} = \beta_l + \beta_g \quad (\text{II.22})$$

$\beta_l$  et  $\beta_g$  sont les largeur à mi-hauteur du fonctions lorentzienne et gaussienne respectivement

L'équation de cette méthode est :

$$(d_{hkl} \cdot \beta_{hkl} \cdot \cos \theta)^2 = \frac{K\lambda}{L} (d_{hkl}^2 \cdot \beta_{hkl} \cdot \cos \theta) + \frac{\varepsilon^2}{4} \quad (\text{II.23})$$

Cette équation est de la forme  $y=a*x+b$

On trace  $(d_{hkl} \cdot \beta_{hkl} \cdot \cos \theta)^2$  en fonction de  $d_{hkl}^2 \cdot \beta_{hkl} \cdot \cos \theta$

On peut calculer la taille de cristallite à partir de sa pente qui égal à  $\frac{K\lambda}{L}$  et on peut extraire la déformation du graph car on a  $b = \frac{\varepsilon^2}{4}$

### II.5.5-la méthode de Rietveld

Est une méthode d'analyses moderne, elle est être réussir par l'utilisation des logiciel qui ont la compétence de traiter ses données (comme Topas (Bruker AXS), et Xpert HighScore Plus (PANalytical)), Cette méthode consiste à simuler un diffractogramme à partir d'un modèle cristallographique de l'échantillon, puis d'ajuster les paramètres de ce modèle afin que le diffractogramme simulé soit le plus proche possible du diffractogramme mesuré.

en utilisant l'approximation de fonction de profile Voigt, La variation de la largeur de pic en fonction d'angles de diffraction (diffractogramme), peut être représenté par un polynôme appelé le polynôme de Caglioti (ou équation de Caglioti):

$$H^2 = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W \quad (\text{II.24})$$

Où U, V and W sont les paramètres de raffinement

Et car le taille de cristallite dépend au l'inverse de cosinus d'angle de Bragg, et la déformation est en fonction de la tangent de cette angle, la méthode de rietveld essaie à l'aide de l'équation (II.24) de raffiner un polynôme qui dépend soit de  $\tan \theta$  ou de  $1/\theta$ , où ce polynôme résultant dépend au même temps à des hypothèses sur la forme de profile de chaque contribution

D'autre part l'effet de la taille et la déformation de grain est défini comme été la convolution de la fonction de profile pure et la fonction de profile correspondant à ces contributions, donc chaque effet relie à la taille ou à la déformation conduit à une contribution de pic de profile soit lorentzienne ou gaussienne.

La fonction de profile Voigt utilisé pour le raffinement est la convolution de la fonction gaussien et lortenzienne qui ont des largeurs à mi-hauteur égalent successivement à :

$$H_g^2 = (U_0 + D^2) \tan^2 \theta + V \tan \theta + W + I_g / \cos^2 \theta \quad (\text{II.25})$$

$$H_l = X \tan \theta + T / \cos \theta \quad (\text{II.26})$$

Ou  $H_g$  et  $H_l$  sont la largeur à mi-hauteur, D est un coefficient utilisé pour obtenir les microdéformations où T utilisé pour l'estimation de taille

Ici, U, V, W (paramètres de l'équation de Caglioti) X, T et  $I_g$  sont les paramètres à raffinement

A l'équation (II.26) la largeur Lorentzienne contenait des contributions du largeur Lorentzienne de la taille des gains X et celle de déformation X

Il est appaître du les équations (II.25) et (II.26) que les paramètres taille et déformation sont dépendus au composants Y et  $I_g$  et même au X et U et le tableau suivant (**tableau II.1**) donne la relation

Les paramètres	La composante gaussienne	La composante Lorentzienne
La taille de cristallite (Å)	$\frac{180K\lambda}{\pi\sqrt{I_g}}$	$\frac{180K\lambda}{\pi Y}$
La déformation (%)	$\left(\frac{\pi}{1.8}\right)\sqrt{U - U_{ins}}$	$\left(\frac{\pi}{1.8}\right)X$

Tableau II.1 : les diverses relations entre les paramètres de rietveld pour la calcule de taille et déformation

L'instrument donne des largeurs qu'elle va être corrigé pour obtenir des certaines informations du taille et de la déformation à partir de la largeur d'échantillon au-dessous l'investigation.

#### II.5.6.la méthode de Warren–Averbach (W-A) :

Est une approche qui utilise les analyses des coefficients de Fourier pour déterminer les tailles, les distorsions et les déformations des grains. L'élargissement de profil est due à ces derniers paramètres et même à l'instrument utilisé aussi, après la correction de cet élargissement, le profil de drx va être analysé pour obtenir la taille et la déformation qui requis la séparation des coefficients (de taille et de distorsion)

, mais cette séparation, il n'est pas possible avec la relation de W-A que lorsque au moins deux réflexions sur la même famille de planes sont valables, et la relation W-A qui relie les deux coefficients est donné

Par :

$$\ln A(L) = \ln (A^S(L)) - 2\pi^2 \langle \varepsilon^2(L) \rangle L^2 / d_{hkl}^2 \quad (\text{II.27})$$

Où  $A(L)$  est le coefficient réel de Fourier,  $A^S(L)$  est le coefficient de taille et  $\langle \varepsilon^2(L) \rangle$  est le carré de la valeur moyenne de déformation (perpendiculaire à la plane hkl qui reflète les rayons x à une longueur L).

**Du (II.27) le traçage de  $\ln A(L)$  en fonction de  $1/d_{hkl}^2$  va donner le coefficient de taille à partir de l'intercepte, et à partir de la pente on peut connaître la valeur du coefficient de**

distorsion, par le traçage de  $A^S(L)$  en fonction de  $L$  on obtient la taille moyenne de colonne (column length)  $L_S$  pondérée en surface avec tel que :

$$\left[ \frac{dA^S(L)}{dL} \right]_{L \rightarrow 0} = \frac{-1}{\langle L \rangle_{Surface}} \quad (\text{II.28})$$

Et on peut obtenir la taille moyenne de colonne (column length) apparente  $L_v$  pondérée en volume du coefficient de taille comme suit :

$$\langle L \rangle_{\text{volume}} = 2 \int_0^{\infty} A^S(L) dl \quad (\text{II.29})$$

Et à partir les équations de krill and Birringer La vraie taille moyenne pondérée en surface et en volume est donné par :

$$\langle D \rangle_{\text{surface}} = 4/3 L_{\text{surface}} \quad (\text{II.30})$$

$$\langle D \rangle_{\text{volume}} = 3/2 L_{\text{volume}} \quad (\text{II.31})$$

### II.5.7. la méthode de TEM :

Le principe de cette méthode est d'utiliser les fuseaux d'électrons transmet pour produire une image à l'échantillon et ça fait grâce à l'intensité d'électron émergé, il est caractérisé par la facilité de concentrer l'électron par rapport aux rayons X et la possibilité de sélectionner un seul microcristal

La taille structurale est définie à partir l'image obtenu et l'échelle utilisé.

### II.5.8. La méthode de BET

Cette méthode basée sur l'utilisation d'un gaz, généralement il va être le nitrogène et à partir de la quantité adsorbée par les particules on peut déterminer la taille de ce grain, de tel sort que la taille de grain  $D$  est relie avec la surface spécifique adsorbé  $S$  et la densité d'échantillon  $\rho$  avec la relation suivante :

$$D = \frac{6}{\rho \cdot S} \quad (\text{II.32})$$

### II.5.9. Le logiciel de PANalytical Xpert HighScore Plus :

Est un logiciel qui été produit par la compagne de « PANalytical » pour les traitements de la diffraction de rayons X, il capable de tracer le diffractogramme à partir les résultats obtenus expérimentalement de  $2\theta$  et les intensités accoisés à ces angles, et même calculer les différents paramètres de ce diffraction tel que le espacement  $d$  (d spacing) ,la largeur à mi-hauteur de chaque pic, il est un des logiciel qui peuvent faire le raffinement de rietveld et de LeBail et les analyses cristallographique.



Pour la détermination de la taille de grain le Highscore plus utilise les méthodes de Scherrer, Williamson hall et rietveld et pour la déformation il utilise ces deux dernières méthodes, tout ça va être fait en aide des algorithmes et des données sauvegardées à ce programme.

### II.5.9.a.la méthode de Scherrer

Cette méthode est faite par le « High Score Plus » à partir de deux diffractogrammes utilisés, le premier est celle d'échantillon pure et l'autre de l'échantillon qui on va calculer la taille et la déformation pour elle.

Après l'ouverture de chaque diffractogramme on choisit « traitement » et après « search profile » (-A- Figure II.13), après l'obtention des Listes de pics (-B- Figure II.13) on choisit « Tools », on clique sur « scherrer calculator » (-C- Figure II.13)

Pour le tableau obtenu (-D- Figure II.13), les B obs sont les largeurs à mi-hauteur pour le cas pur, Peak pos c'est les positions de pics en cas étudié

B std c'est la largeur mi-hauteur (FWHM) de notre cas étudié (Figure II.13)

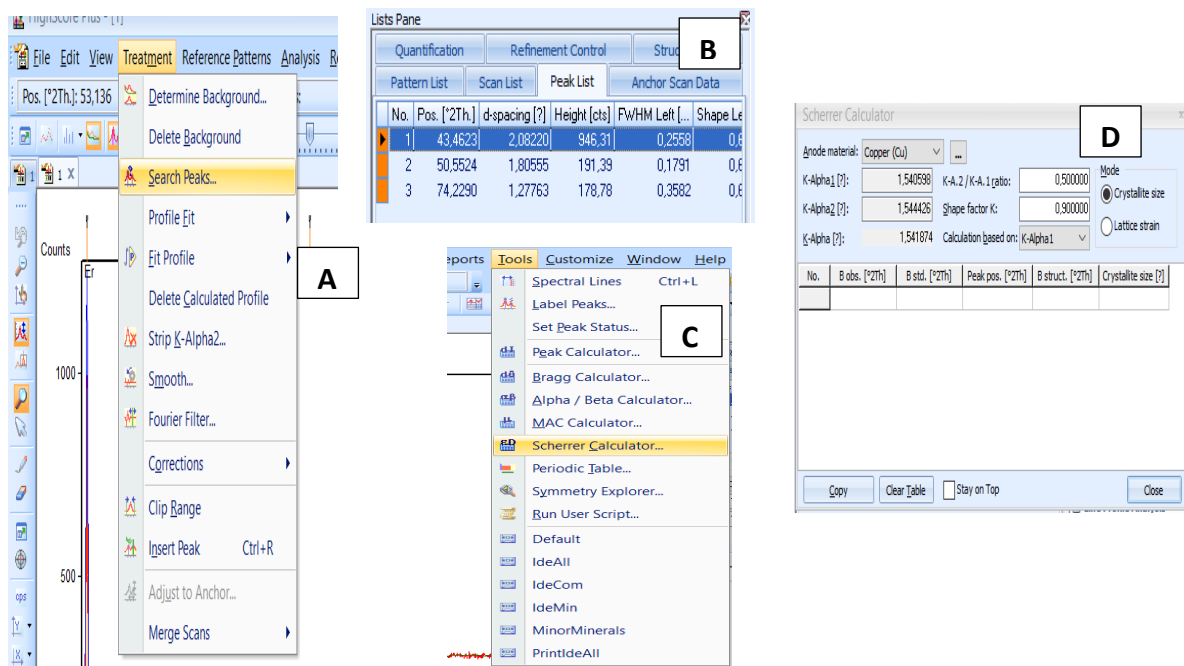


Figure II.13 : les étapes de la méthode de Scherrer sur le « High score plus »

### II.5.9.b.la méthode de williamson-hall

C'est la plus simple, on choisit le diffractogramme désiré, on recherche de pics par choisit directement on « traitement » et après « search profile » (-A- Figure II.13), et à partir de la liste « View » on choisit « Williamson-hall plot » (-A- Figure II.14), on obtient le graph de Williamson-hall avec les valeurs de taille et de déformation (-B- Figure II.14).

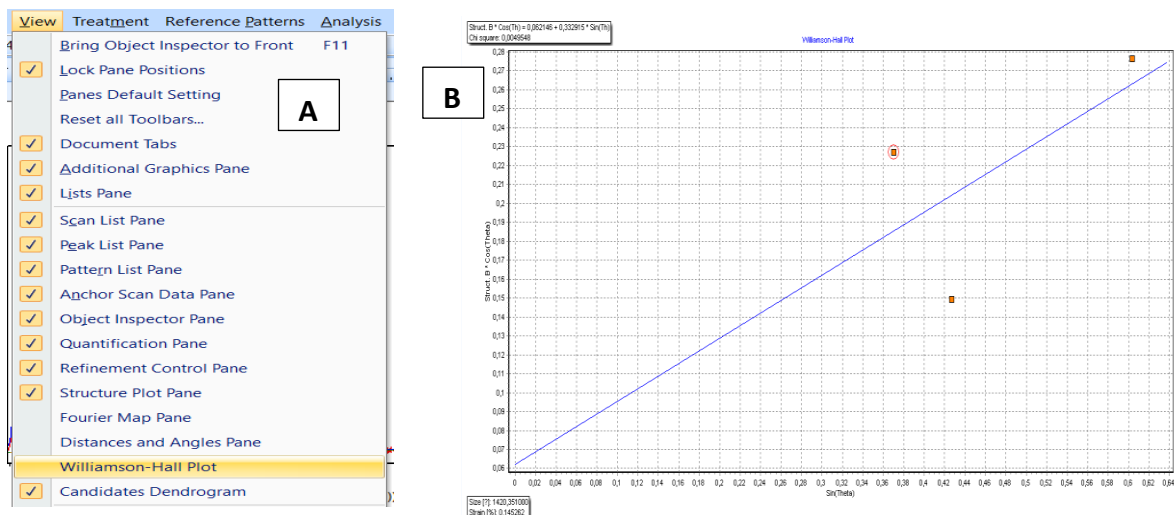


Figure II.14 : les étapes de la méthode de WH sur le « High score plus »

## II.6. Conclusion :

Dans ce chapitre on a défini les diverses notions fondamentale la diffraction X, on a abordé aussi les analyses microstructurales et les diverses méthodes qui peuvent les réaliser

*Chapitre III :*

*Analyse par*

*Transmission*

*Réflexion*

## Chapitre III : Analyse par Transmission Réflexion

### III.1 Introduction :

La mesure des propriétés diélectriques complexes des matériaux radiofréquence comprend Devenir de plus en plus important, en particulier dans des domaines de recherche tels que Science des matériaux, conception et développement de circuits micro-ondes Absorbants, recherche biologique, etc. La mesure diélectrique est importante car Il peut fournir les propriétés électriques ou magnétiques du matériau, Il est utile dans de nombreux domaines de recherche et développement.

Dans notre étude expérimentale un échantillon de matériaux composites nanostructurés (Cuivre) de durées *d'élaboration* et dimensions différentes ont été caractérisé dans le guide d'onde associé à un analyseur de réseaux.

### III.2 Principe générale :

Il existe plusieurs techniques pour caractériser les matériaux. L'un des choix La méthode dépend de la bande de fréquence que vous souhaitez couvrir, des paramètres électriques Privilège, la précision que l'on cherche à obtenir dessus, la rapidité de la méthode Ou sa simplicité, le type de matériau (isolant ou semi-conducteur) et l'état du matériau Être caractérisé (gaz, liquide, solide, etc.). Technologie de caractérisation électromagnétique Il existe généralement deux types : la méthode de résonance et la méthode de non-résonance. Méthode non Les résonateurs sont utilisés dans le monde entier pour obtenir des Caractéristiques électromagnétiques dans une certaine gamme de fréquences, et ces méthodes La résonance est utilisée pour spécifier un matériau à une seule fréquence ou Différentes fréquences discrètes.

#### III.2.1 Caractérisation électromagnétique des matériaux diélectriques :

Les propriétés électromagnétiques des matériaux diélectriques sont un aspect pertinent dans de nombreux domaines. De nombreuses applications pratiques. Au fil des ans, certaines techniques expérimentales ont été conçues pour Les propriétés diélectriques des matériaux extraits ont été étudiées. Choix de la méthode. Les caractéristiques électromagnétiques dépendent des paramètres électromagnétiques, tels que la bande de fréquence et la précision requise en conséquence, il est encore plus remarquable qu'il existe des paramètres physiques et mécaniques de l'échantillon étudiez son état physique (solide, liquide), sa taille et sa forme. De plus, les informations ont Il faut procéder à priori sur les propriétés du matériau analysé.

Par exemple, la méthode de résonance fournit des résultats fiables pour les matériaux diélectriques à faibles pertes. Ces méthodes, l'utilisation de structures résonantes, telles que les cavités résonantes, dépend de la mesure de facteurs Q et la fréquence de résonance de la cavité.

D'autre part, les méthodes non résonantes, qui utilisent des lignes de transmission, reposent sur la mesure du signal réfléchi et transmis par l'échantillon testé. Alors que les méthodes résonantes sont capables de caractériser avec précision le matériau sur un nombre discret de fréquences, les méthodes non résonantes fournissent par nature des résultats à large bande. En outre, les méthodes non résonantes peuvent être appliquées à différents montages de mesure. Bien que les sondes à lignes coaxiales nécessitent une mise en forme très précise de l'échantillon, elles peuvent mesurer les propriétés EM du matériau sur une bande très large et, en théorie, à des fréquences basses. Les méthodes de guide d'ondes sont généralement plus populaires car les échantillons circulaires ou rectangulaires sont plus faciles à produire que les échantillons coaxiaux. Cependant, les estimations basées sur les guides d'ondes ne sont valables que sur une gamme de fréquences limitée.

D'autre part, les techniques en espace libre contournent non seulement le problème de la précision de l'ajustement de l'échantillon, mais préservent également l'intégrité de l'échantillon (non destructif). Un inconvénient majeur de la méthode de l'espace libre est que, pour éviter les effets de diffraction dus aux bords de l'échantillon, la mesure sans fil des paramètres de diffusion par des antennes nécessite un échantillon de plusieurs longueurs d'onde .

### **III.2.2 Permittivité diélectrique et perméabilité magnétique :**

Lorsque on parle en général : un objet peut être caractérisé par sa masse, sa densité, sa viscosité sa résistivité, sa taille ou encore sa température. Chacune de ces grandeurs physiques correspond à une valeur mesurée ou calculée permettant de le représenter. Dans le cas d'un matériau on retrouve les mêmes types de grandeurs. Plus précisément lors de l'interaction entre une onde électromagnétique et un matériau, les grandeurs physiques associées sont la permittivité, la perméabilité ou encore l'indice de réfraction. Dans le cas où la fréquence de l'onde est comprise entre quelques MHz et quelques dizaines de GHz (domaine des Hyperfréquences) on parlera alors de la permittivité diélectrique et de la perméabilité magnétique. Elles correspondent respectivement aux réponses du matériau au champ électrique et au champ magnétique de l'onde incidente .

### III.2.2.1 Permittivité diélectrique:

La permittivité électrique est une mesure de la faculté d'un matériau à s'opposer à un champ électrique ; elle est égale à la densité du flux électrique  $D$  divisée par l'intensité du champ électrique  $E$  .

Un diélectrique est caractérisé par sa permittivité ou constante diélectrique  $\epsilon_r$  (permittivité relative par rapport à celle du vide  $\epsilon_0$ ). Elle décrit le facteur par lequel le champ électrique entre les charges est diminué par rapport au vide et par définition est toujours supérieure à 1. Plus la constante diélectrique est élevée, plus la force entre les deux charges électriques séparées par ce diélectrique est faible. La constante diélectrique intervient aussi en optique en modifiant l'indice de réfraction.

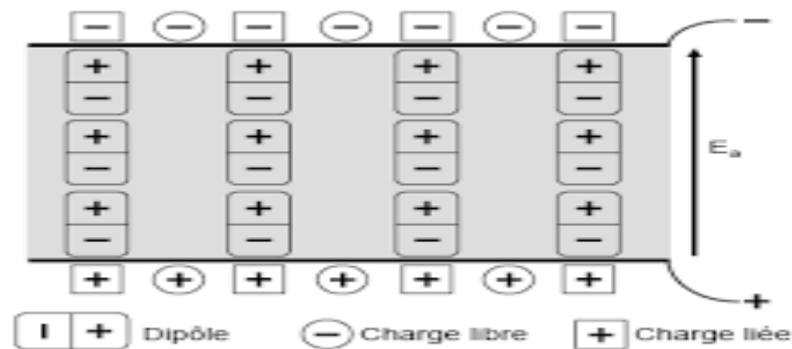


Figure III.1 : Créé un diélectrique

La permittivité diélectrique relative est complexe avec la partie réelle  $\epsilon_r'$  qui exprime la capacité de stockage d'énergie du milieu matériel, et la partie imaginaire  $\epsilon_r''$  qui représente les pertes d'énergie subies par l'onde électromagnétique se propageant dans le milieu matériel.

$$\epsilon = [\epsilon_r' - j\epsilon_r''] \epsilon_0 = \epsilon_0 * \epsilon_r \quad (\text{III-1})$$

Où  $\epsilon_0$  représente la permittivité du vide. Avec :

$\epsilon_0 = 8,854187817 \times 10^{-12}$	(F/m)
--	-------

Parler de caractérisation de matériaux concerne en règle générale la détermination ou le calcul de  $\epsilon_r$  ; on parle alors de spectroscopie diélectrique.

### III.2.2.2 Perméabilité magnétique :

La perméabilité magnétique est une mesure de la faculté d'un matériau à créer en son sein un champ magnétique en réponse à un champ magnétique qui lui est appliqué ; elle est égale à la densité du flux magnétique  $B$  divisée par le champ magnétique  $H$ .

Pour un milieu à pertes magnétiques générales, la perméabilité magnétique relative est complexe avec la partie réelle  $\mu_r'$  qui exprime l'aptitude du champ magnétique à pénétrer dans le milieu matériel, et la partie imaginaire  $\mu_r''$  qui renseigne sur les pertes d'énergie magnétique dans le milieu matériel.

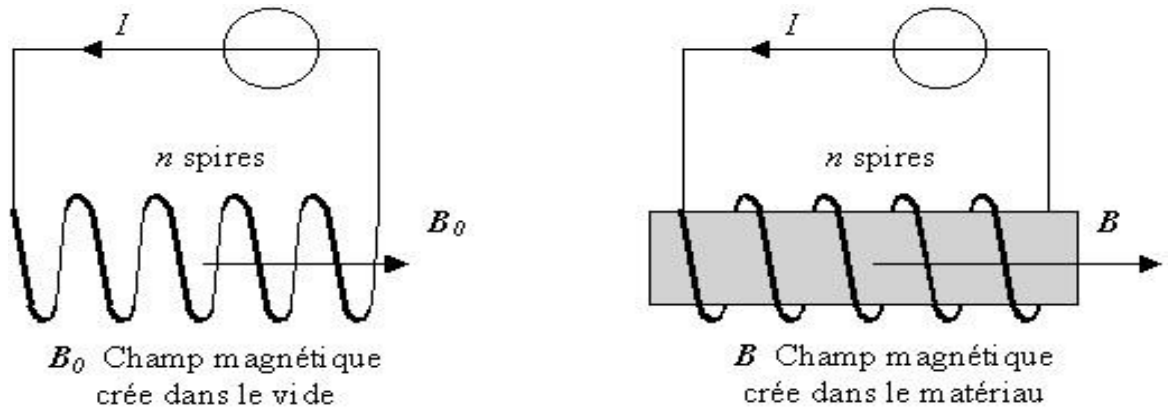


Figure III.2 : Créé un champ magnétique

$$\mu = [\mu_r' - j\mu_r'']\mu_0 = \mu_0^* \mu_r \quad (\text{III-})$$

2)

Où  $\mu_0$  représente la perméabilité du vide. Avec :

$\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$	(N/A <sup>2</sup> )
-------------------------------	---------------------

Comme la permittivité lorsque On Parler de caractérisation de matériaux concerne en règle générale la détermination ou le calcul de  $\mu_r$  ; on parle alors de spectroscopie diélectrique.

### III.3 Procède Expérimentale :

L'objectifs générale de faire l'expérimentale est pour extraire les paramètres diélectrique la permittivité diélectrique  $\epsilon_r$  et la perméabilité magnétique  $\mu_r$  est pour sa On peut situer quatre méthodes et chaque méthode est limitée à des fréquences :

- Méthode de la ligne de transmission/réflexion
- Méthode de la sonde coaxiale à extrémité ouverte
- Méthode de l'espace libre
- Méthode résonante.

Et dans ce chapitre on parle seulement sur la méthode de la ligne de transmission/réflexion

### III.3.1 Méthode de la ligne de transmission/réflexion :

L'astuce de cette méthode consiste à placer un échantillon dans une section de guide d'ondes ou de ligne coaxiale et à mesurer les paramètres de diffusion complexes des deux ports avec un analyseur de réseau vectoriel (VNA). Un étalonnage doit être effectué avant de procéder à la mesure. La méthode consiste à mesurer le signal réfléchi (S11) et le signal transmis (S21). Les

paramètres de diffusion pertinents sont étroitement liés à la permittivité et à la perméabilité complexes du matériau par des équations. La conversion des paramètres S en paramètre diélectrique complexe est calculée en résolvant les équations à l'aide d'un programme. Dans de nombreux cas, la méthode nécessite la préparation de l'échantillon, comme l'usinage pour que l'échantillon s'adapte étroitement au guide d'ondes ou à la ligne coaxiale. Les étalonnages dans les mesures de lignes de transmission utilisent diverses terminaisons qui produisent différents comportements de résonance dans la ligne de transmission. Pour une bonne mesure diélectrique, un champ électrique maximal est nécessaire, ce qui peut être obtenu par un circuit ouvert ou autre terminaison capacitive, tandis que l'étalonnage dans les mesures de lignes coaxiales peut être effectué en utilisant une terminaison de charge en court-circuit, en circuit ouvert ou appariée. La méthode de mesure permet de mesurer la permittivité et la perméabilité du matériau diélectrique

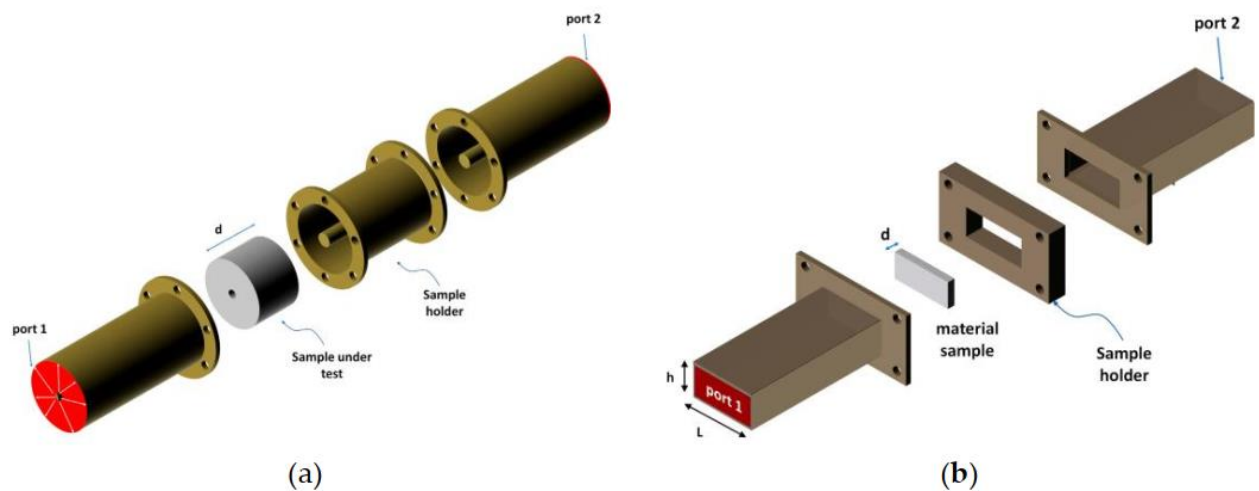


Figure III.3 : Dispositifs de transmission/réflexion avec l'échantillon de matériau à caractériser : (a) câble coaxial ; (b) guide d'ondes.



### III.3.1.1 ligne coaxiale :

Les câbles coaxiaux se présentent sous différentes formes. La plus grande différence réside dans le conducteur intérieur (solide ou Leiteitungung-une corde avec plusieurs conducteurs minces) et le blindage (exécution simple ou multiple). Le choix de la bonne ligne dépend toujours de l'application et de la fréquence à transmettre. Et on les différents câbles suivants :



4 = Gaine extérieure

Figure III.4 : Câble coaxiale Simple blindage

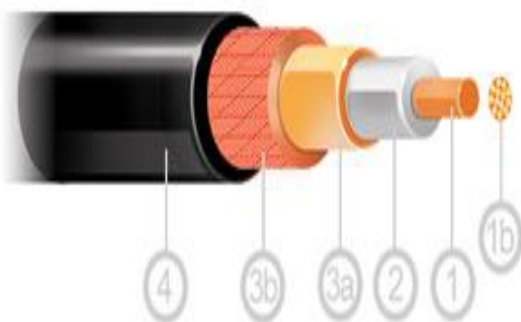
#### Câble coaxiale Simple blindage

Structure d'un câble coaxial avec simple blindage :

1 = Conducteur intérieur - réalisation comme brin solide ou âme (1b)

2 = Diélectrique / Isolation

3 = Treillis de blindage / Film



4 = Gaine extérieure

Figure III.5 : Câble coaxial flexible - double blindage

#### Câble coaxial flexible - double blindage

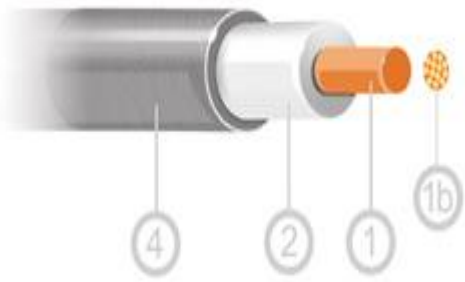
Structure d'un câble coaxial avec double blindage :

1 = Conducteur intérieur - réalisation comme brin solide ou âme (1b)

2 = Diélectrique / Isolation

3a = Treillis de blindage ou film

3b = Treillis de blindage ou film



### Câble coaxiale Semi Rigide– câble malléable à main

Structure d'un câble coaxial semi-rigide :

- 1 = Conducteur intérieur - réalisation comme brin solide ou âme (1b)
- 2 = Diélectrique / Isolation
- 4 = Gaine extérieure

Figure III.6 : Câble coaxiale Semi Rigide– câble malléable à main



### Câble coaxiale Semi-flexible :

Structure d'un câble coaxial semi-flexible:

- 1 = Conducteur intérieur - réalisation comme brin solide
- 2 = Diélectrique / Isolation
- 3 = Tuyau ondulé
- 4 = Gaine extérieure

Figure III.7 : Câble coaxiale Semi-flexible

#### III.3.1.2 : Guides d'ondes métalliques :

Ils sont constitués d'un métal et d'un diélectrique. Malgré les pertes optiques qui sont dues à la présence du métal, cette catégorie de guides d'onde présente de nombreux avantages. En effet, le métal peut être utilisé comme contact électrique ce qui permet d'éviter l'encombrement lors de l'insertion du guide dans un réseau optique donné.

Premièrement il faut connaître les équations donnant les champs  $E_z$  et  $H_z$  dans un milieu ne comportant aucune charge :

$$\Delta_t * E_z + 4 * \pi^2 \left( \frac{1}{\lambda^2} - \frac{1}{\lambda_g^2} \right) E_z = 0 \quad \text{(III-3)}$$

$$\Delta_t * H_z + 4 * \pi^2 \left( \frac{1}{\lambda^2} - \frac{1}{\lambda_g^2} \right) H_z = 0 \quad \text{(III-4)}$$

Les relations (III-3 et III-4) représentent les équations de propagation guidée par la structure, le long de Oz.  $\lambda_g$  Est la longueur d'onde mesurée suivant Oz. Si  $\lambda_g$  est différente de  $\lambda$  ces deux Équations permettront de calculer la vitesse de phase, dans le cas contraire si  $\lambda_g = \lambda$ , les composantes  $E_z$  et  $H_z$  seront nécessairement nulles. Des solutions non évanescentes ont obtenues pour  $\lambda_g > \lambda$ .

On a 3 Modes de propagation : Ondes **T.E.**, **T.M** et **T.E.M.** retrouver à partir des équations de Maxwell.

### III.3.1.2.a Longueurs d'onde guidée et de coupure :

On considère une onde se propageant suivant l'axe Oz à l'intérieur d'un tube métallique dont la paroi est supposée être un conducteur parfait.

Dans le tube, les équations de propagation sont les relations (III-3 et III-4) et la présence des parois métalliques impose des conditions aux limites ; sur le plan  $x\hat{o}y$  le champ  $\vec{E}$ , doit être perpendiculaire au contour (C) ou nul puisque le conducteur est supposé parfait

### III.3.1.2.b Cas particuliers d'un guide rectangulaire :

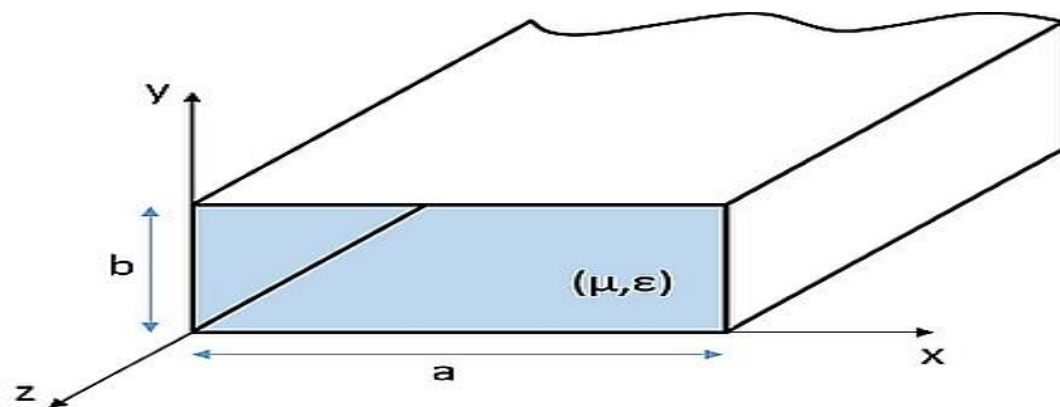


Figure III.8 : guide d'onde rectangulaire

Le guide tubulaire métallique est de section droite rectangulaire de côtés a et b (Figure III.8), où peuvent se propager des ondes sous des configurations qui dépendent des entiers (m) et (n) qu'on désigne par  $TE_{mn}$  ou  $TM_{mn}$ .

### III.3.1.3 : Analyseur de réseaux :

La configuration de mesure comprend un analyseur de réseau, un logiciel qui peut être installé dans le VNA ou dans un ordinateur distant et le porte-échantillon pour le matériau à tester.

Les analyseurs de réseau peuvent être utilisés pour la mesure diélectrique. L'analyseur de réseau dispose d'une gamme de méthodes d'étalonnage pour s'adapter aux différentes méthodes de mesure et permettre des mesures plus précises. D'autres caractéristiques, telles que le domaine temporel et les fonctions d'intégration/désintégration, améliorent la précision du résultat de la mesure du MUT.

Une fonction d'extraction directe des paramètres  $s$  est disponible dans ces séries d'analyseurs de réseau. Il est très important de disposer de cette fonction car elle facilite le post-traitement des paramètres  $s$  à l'aide de certains logiciels externes. Ces programmes externes sont ensuite utilisés pour convertir les paramètres  $s$  en paramètres de permittivité et de perméabilité.



Figure III.9 : Appareil Analyseur de réseaux

### III.4 Matrice de dispersion $S$ :

Pour toute composante linéaire avec  $n$  visites, il existe une relation algébrique linéaire reliant tous le signal sort pour le signal arrive. On a un système de  $n$  équations à  $n$  inconnues, qui peut

Exprimé sous forme de matrice, définissant une matrice de dispersion ou de distribution ( $S$ ).

Pour  $n$  égal à deuxièmement, le système à deux voies, le système d'équations s'écrit :

$$\begin{cases} b_1 = S_{11} * a_1 + S_{12} * a_2 \\ b_2 = S_{21} * a_1 + S_{22} * a_2 \end{cases} \quad \text{(III-5)}$$

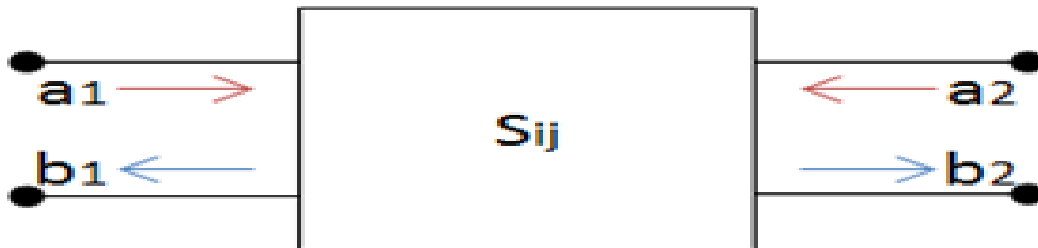
Où  $S_{ij}$  sont appelés paramètres de dispersion. On peut écrire le système sous forme matricielle :

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \quad \text{(III-6)}$$

ou sous forme abrégée:

$$(b) = (S)(a) \quad \text{(III-7)}$$

$S$  est la matrice de dispersion.



$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \end{bmatrix}$$

Figure III.10 : Accès d'un quadripôle par un signal.

Où

$$S_{11} = \frac{\text{signal réfléchi port 1}}{\text{signal incident port 1}} = \frac{b_1}{a_1} \quad (a_2=0) \quad \text{(III-8)}$$

$S_{11}$  : coefficient de réflexion en entrée (sortie adaptée)

$$S_{21} = \frac{\text{signal réfléchi port 2}}{\text{signal incident port 1}} = \frac{b_2}{a_1} \quad (a_2=0) \quad \text{(III-9)}$$

$S_{21}$  : coefficient de transmission direct (sortie adaptée)

$$S_{12} = \frac{\text{signal réfléchi port 1}}{\text{signal incident port 2}} = \frac{b_1}{a_2} \quad (a_1=0) \quad \text{(III-10)}$$

S<sub>12</sub>: coefficient de transmission inverse (entrée adaptée)

$$S_{22} = \frac{\text{signal réfléchi port 2}}{\text{signal incident port 2}} = \frac{b_2}{a_2} \quad (a_1=0) \quad \text{(III-11)}$$

S<sub>22</sub> : coefficient de réflexion en sortie (entrée adaptée)

#### III.4.1 Utilisation des paramètres S :

La matrice de dispersion est un outil de base pour l'étude des systèmes micro-ondes c'est-à-dire le système en espace libre ou en ligne de transmission. Il existe dans les quatre pôles autres paramètres bien connus : matrice de paramètres de mélange (H), matrice d'impédance (Z) et matrice d'admission (Y). La détermination expérimentale de ces paramètres doit être court-circuit ou circuit ouvert. Au-dessus de 100 MHz, les conditions de circuit ouvert sont difficiles portées ; quant à un court-circuit, il fera souvent osciller le composant. D'autre part, la mesure des paramètres S est effectuée sur les entrées et sorties appropriées sans causer de difficultés. Cette la connaissance du paramètre S permet également de calculer la grandeur la plus couramment utilisée recherche : dans notre cas les coefficients de réflexion et de transmission vous pouvez trouver les propriétés électromagnétiques de l'échantillon diélectrique placé dans le trajet d'une onde.

#### III.5 Conversion des paramètres S (Nicholson Ross Weir) :

Il existe différentes approches pour obtenir la permittivité et la perméabilité à partir des paramètres s.

On quatre méthodes de conversion :

- Méthode Nicholson-Ross-Weir
- Méthode itérative du NIST
- Nouvelle méthode non itérative
- Méthode de la ligne de court-circuit.

Chacune de ces méthodes de conversion présente des avantages et des limites différents. Le choix de la méthode dépend de plusieurs facteurs tels que les paramètres S mesurés, la longueur de l'échantillon, les propriétés diélectriques souhaitées, la vitesse de conversion et la précision des résultats convertis.

Dans ce chapitre on parle sur la méthode Nicholson-Ross-Weir

Tableaux III.1 : Conversion de la méthode NRW

	Paramètres S	Propriétés diélectriques
Méthode de NRW	S11, S21, S12, S22 ou S11, S21	$\epsilon_r, \mu_r$

### III.5.1 Principe de Méthode :

La méthode Nicholson-Ross-Weir (NRW) permet de calculer directement la permittivité et la perméabilité à partir des paramètres s. C'est la méthode la plus couramment utilisée pour effectuer cette conversion. C'est la méthode la plus couramment utilisée pour effectuer cette conversion. La mesure du coefficient de réflexion et du coefficient de transmission nécessite de mesurer les quatre (S11, S21, S12, S22) ou une paire (S11, S21) de paramètres s du matériau testé. Cependant, la méthode diverge pour les matériaux à faibles pertes aux fréquences correspondant aux multiples entiers d'une demi-longueur d'onde dans l'échantillon, ce qui est dû à l'ambiguïté de phase. Par conséquent, elle est limitée à une épaisseur optimale de l'échantillon de  $\lambda g/4$  et utilisée de préférence pour des échantillons courts.

### III.5.2 Processus de conversion Nicholson-Ross-Weir :

La procédure proposée par la méthode NRW se déduit des équations suivantes :

$$S_{11} = \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2T^2} \quad \text{Et} \quad S_{21} = \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2T^2}$$

Ces paramètres peuvent être obtenus directement à partir de l'analyseur de réseau.

Le coefficient de réflexion peut être déduit comme suit :

$$\Gamma = X \pm \sqrt{X^2 - 1} \quad \text{(III-12)}$$

A condition  $|\Gamma| < 1$  pour trouver la racine correcte et en termes de paramètre s.

$$X = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}} \quad \text{(III-13)}$$

Le coefficient de transmission peut être écrit comme suit :

$$T = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma} \quad \text{(III-14)}$$

La perméabilité est donnée comme :

$$\mu_r = \frac{1 + \Gamma_1}{\Lambda(1 - \Gamma) \sqrt{\frac{1}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}}} \quad \text{(III-15)}$$

où  $\lambda_0$  est la longueur d'onde de l'espace libre et  $\lambda_c$  est la longueur d'onde de coupure et

$$\frac{1}{A^2} = \left( \frac{\varepsilon_r \mu_r}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2} \right) = - \left( \frac{1}{2\pi L} \ln \left( \frac{1}{T} \right) \right)^2 \quad \text{(III.16)}$$

La permittivité peut être définie comme :

$$\varepsilon_r = \frac{\lambda_0^2}{\mu_r} \left( \frac{1}{\lambda_c^2} - \left[ \frac{1}{2\pi L} \ln \left( \frac{1}{T} \right) \right]^2 \right) \quad \text{(III.17)}$$

### III.6 Conclusion :

Finalement, dans ce chapitre on remarque que parmi les avantages de la méthode de la ligne de transmission/réflexion est les lignes coaxiales et les guides d'ondes sont couramment utilisés pour mesurer des échantillons présentant des pertes moyennes à élevées ; Il peut être utilisé pour déterminer à la fois la permittivité et la perméabilité du matériau testé, et comme Inconvénients on observe la précision de la mesure est limitée par les effets d'entrefer ; Elle est limitée à une faible précision lorsque la longueur de l'échantillon est le multiple d'une demi-longueur d'onde dans le matériau.



*Chapitre  
IV : Les  
resultats et  
interprétation*

## Chapitre IV :Les resultats et interpretation

### IV.1. l'étude des caracteristiques structurale :

#### IV.1.1.Les analyses de Xrd :

##### IV.1.1.1.Les resultats :

En utilisant le logiciel « Xpert High Score plus », et à partir du resultats experimentals de  $2\theta$  et de l'intensité associe, les figures et les resultats suivants sont obtenus

##### IV .1.1.1.a.Pour le cas pur :

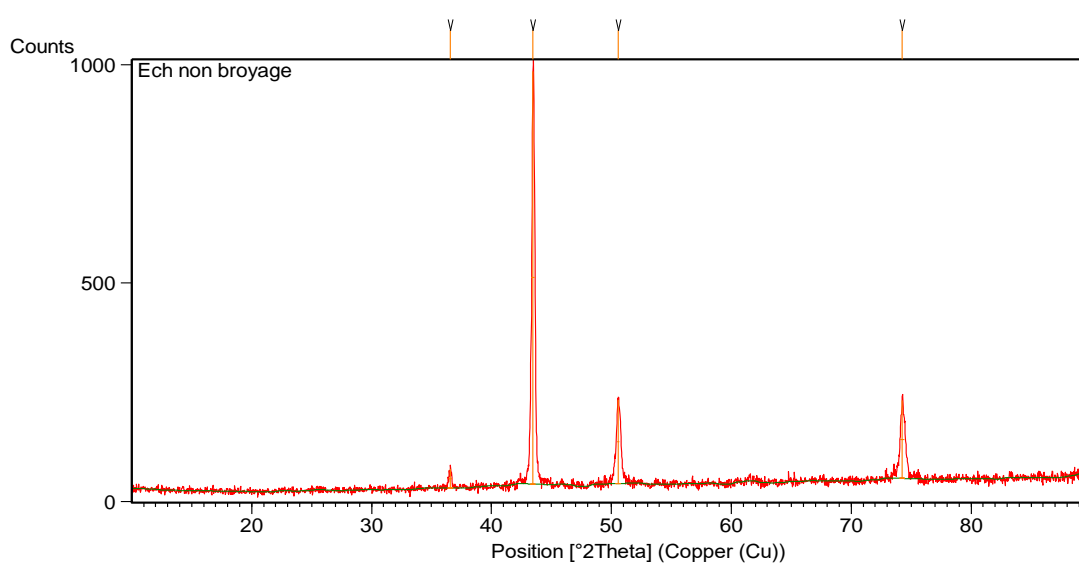


Figure IV.1:le diffractogramme pour le cas pur

La definition des paramaters de chaque pic :

Tableau IV.1: les résultats pour le cas pur

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip Width	hkl
36,5889	44,14	0,2558	2,45599	4,66	0,3070	
43,4623	946,24	0,2558	2,08220	100,00	0,3070	111
50,5524	191,46	0,1791	1,80555	20,23	0,2149	200
74,2290	178,72	0,3582	1,27763	18,89	0,4298	220

##### IV .1.1.1.b.Pour le cas de 6 heures de broyage

La définition des paramètres de chaque pic :

Tableau IV.2: les résultats pour le cas de 6h de broyage

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip Width	hkl
43,4160	866,65	0,2047	2,08431	100,00	0,2456	111
50,5282	247,52	0,2047	1,80636	28,56	0,2456	200
74,2056	115,60	0,2558	1,27798	13,34	0,3070	220

Pour le cas de 6 heures de broyage

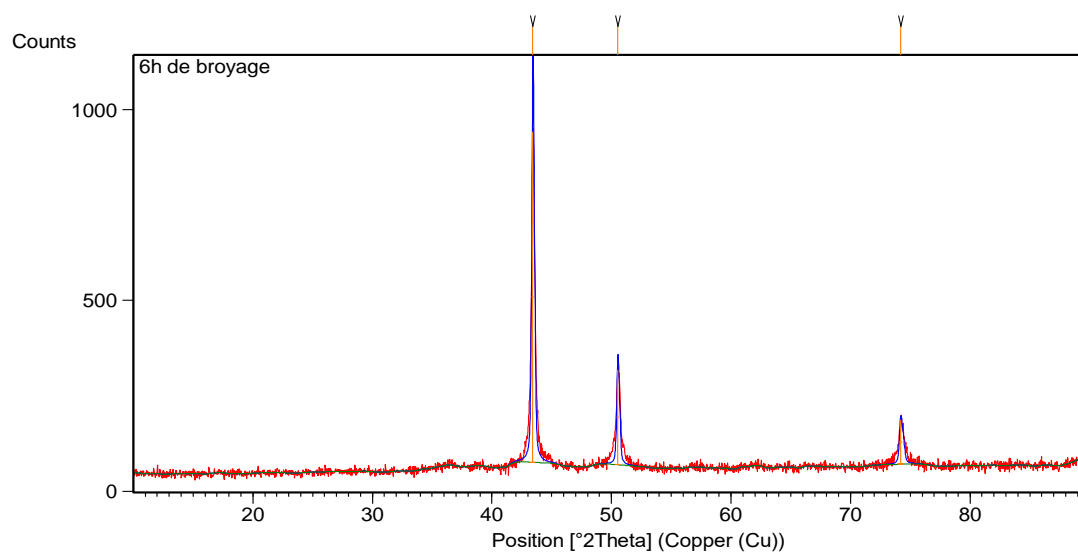


Figure IV.2: le diffractogramme pour le cas de 6h de broyage

**IV .1.1.1.c.Pour le cas de 24 heures de broyage :**

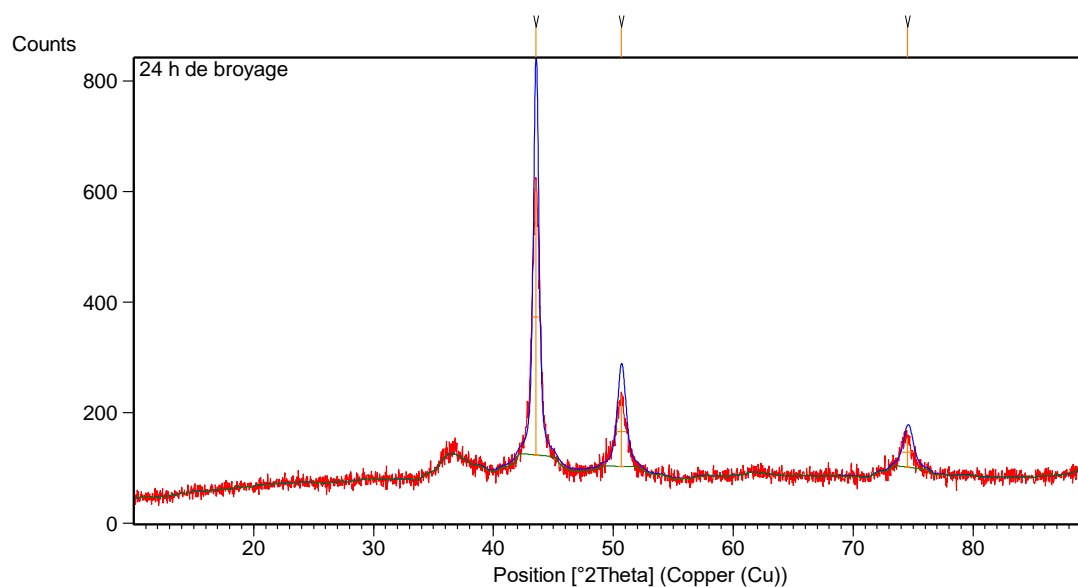


Figure IV.3: le diffractogramme pour le cas de 24h de broyage

les paramètres de chaque pic :

Tableau IV.3: les résultats pour le cas de 24h de broyage

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [?]	Rel. Int. [%]	Tip Width	hkl
43,5269	498,33	0,5117	2,07925	100,00	0,6140	111
50,6531	126,68	0,8187	1,80219	25,42	0,9824	200
74,5326	53,68	0,9210	1,27318	10,77	1,1052	220

IV.1.1.1.d.Pour le cas de 46 heures de broyage :

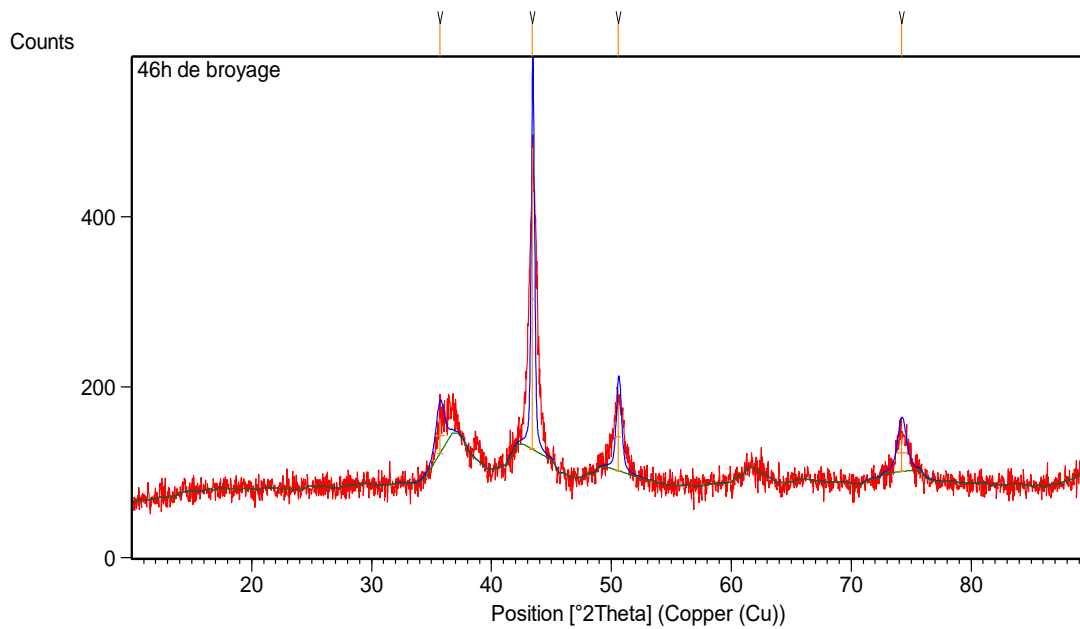


Figure IV.4: le diffractogramme pour le cas de 46h de broyage

Les paramètres des pics :

Tableau IV.4: les résultats pour le cas de 46h de broyage

Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [?]	Rel. Int. [%]	Tip Width	hkl
35,6910	41,58	0,8187	2,51569	11,74	0,9824	
43,4207	354,29	0,2558	2,08410	100,00	0,3070	111
50,5875	79,63	0,4605	1,80438	22,48	0,5526	200

74,1700      44,68      0,8187      1,27850      12,61      0,9824      220

#### IV.1.1.2.La discussion des divers résultats :

A partir des résultats obtenus avant, on a dessiné les graphes des **Figures IV.5 , IV.6 et IV.7** pour la comparaison

1-La comparaison entre les différents diffractogrammes :

**Cas pur** Selon la figure les pics d'échantillon utilisé (pur) étaient alignés avec celles de phase (Cu) et même ont presque les mêmes intensités, on voit par exemple que le plus haut pic c'est la pic 111 qui apparaît à un angle de  $43^\circ$  pour les deux et le même pour les deux autres cas de pic 200 ( $50^\circ$ ) et de 220 ( $74^\circ$ ) la plus petit, qui montre que l'échantillon est un cuivre de forme cubique à face centrée FCC, d'autre part les largeurs de ces pics sont apparues à cause de la non-idéalité des cristallites étudiés qui était supposé être une ligne au cas parfait (cristallite infinie à toutes les directions), par un autre mot on peut dire que à cause de la taille finie de cristallite on obtient ces largeurs.

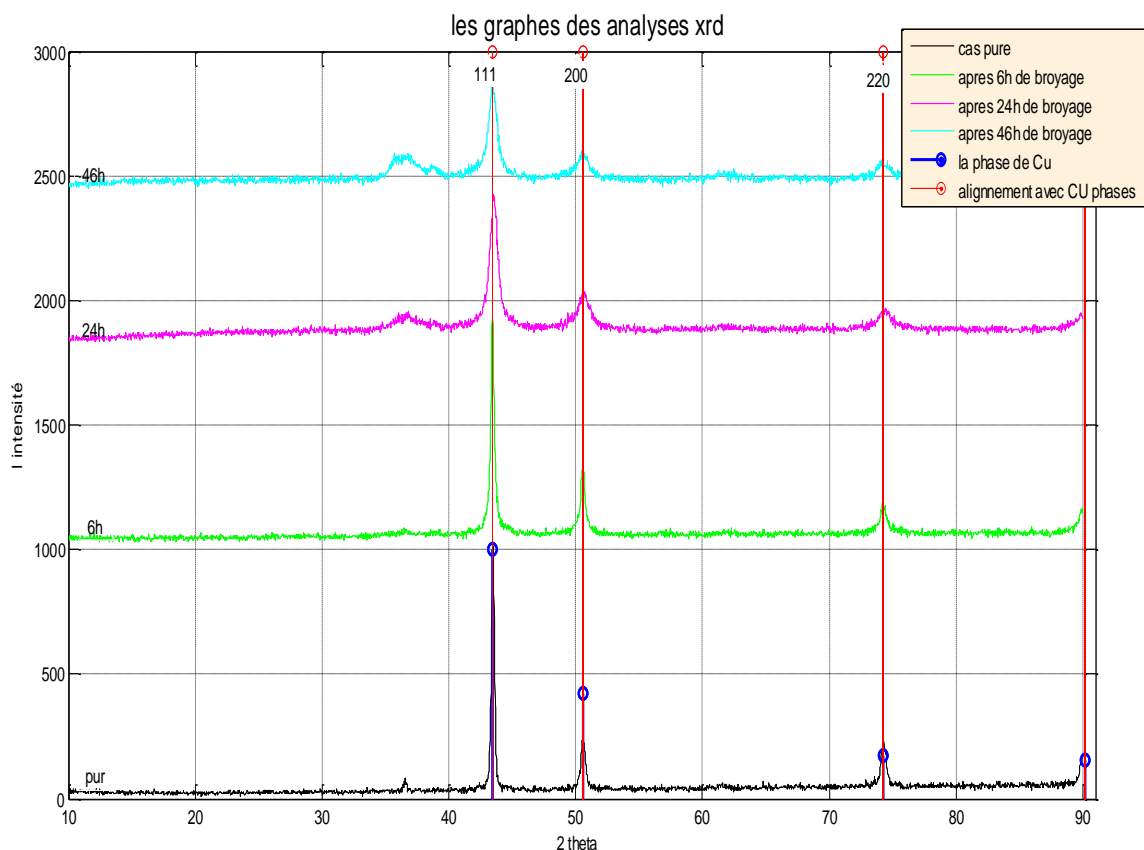


Figure IV.5: la comparaison des diffractogramme

**Pour le cas de 6h** de broyage les pics restent presque au même angle juste des fractions d'angle vers la gauche qu'il est comme un résultat d'une petite contrainte de traction survenait

et ça apparaitre au niveau de d-space qui reste aussi presque le même , mais l'intensité est diminuée clairement du 946,24 à 866,65 avec une changement à la largeur de pic 111(voir la **Figure IV.5**), et le même pour les autre pics qui signifié qu'il y a une changement au plans reflétant , qu'ils sont non-uniformément déformé de tel sort qu'il y a une tension et une compression sur les bordes externes et internes de ces plans , à la fin le expansion des largeurs due à fabrication des particules très limité par rapport à celles d'échantillons ce déformation est due à la broyage bien sûre.

**Pour le cas de 24h** la diminution d'intensité de chaque pic et même la variation de la largeur est continue à cause de la déformation permanente des plans cristallins reflétant, avec une petite compression de distance réticulaire entre ces plans les pics sont mouvées vers la droite à un angle plus grand.

**Pour le cas de 46h**, la déformation de forme des plans continus dus au broyage et la diminution d'intensité avec

la variation de la largeur aussi, d'autre part les pics ont mouvées vers la gauche encore à cause de dilatation de la distance réticulaire  $d_{hkl}$ .

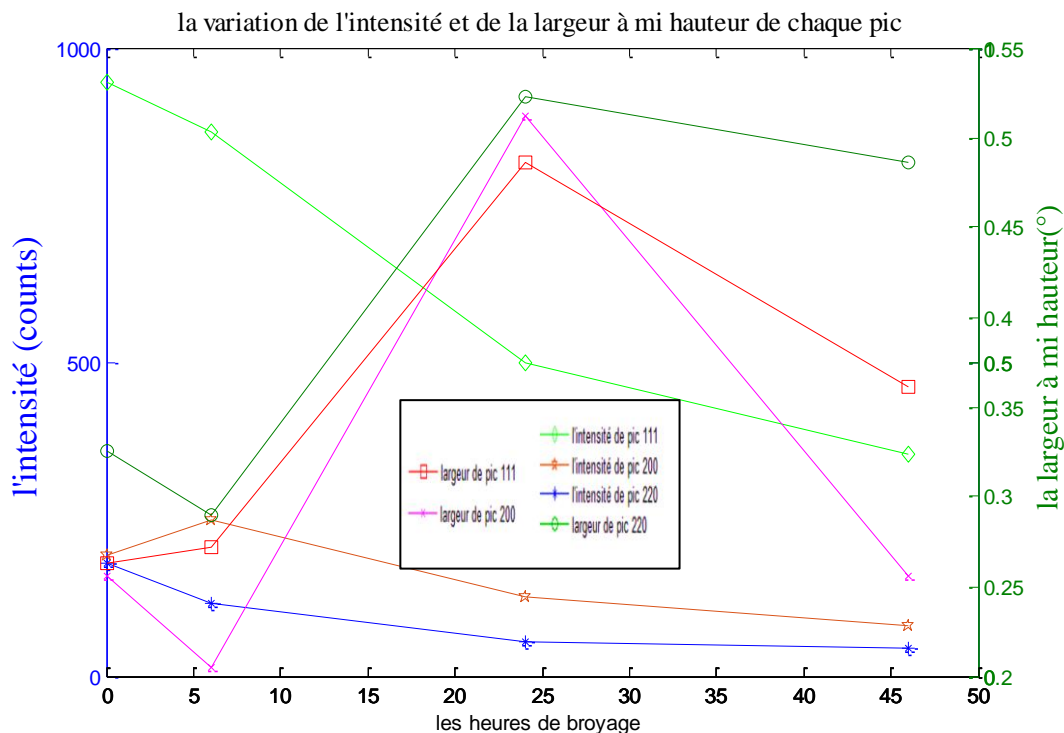


Figure IV.5: la variation d'intensité et de largeur en fonction de temps de broyage

Comme une conclusion de cette partie :

- l'échantillon utilisé est formé d'un cuivre fcc

- Le broyage affecte sur la poudre initiale construisant des particules plus petites à celles d'échantillon, avec une déformation sur la forme d

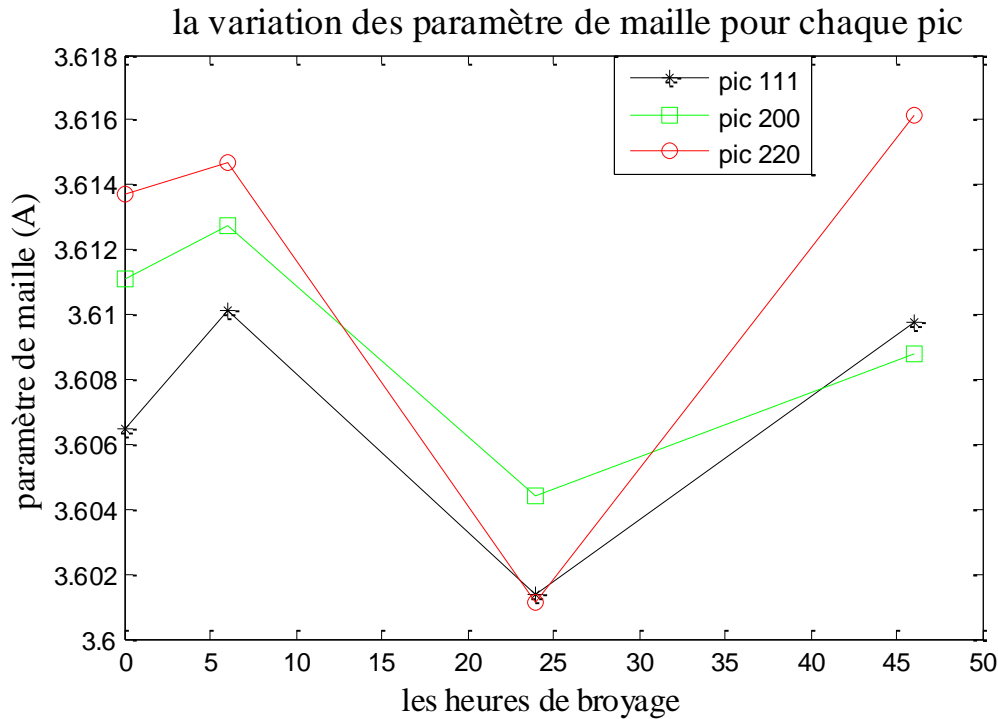


Figure IV.6: la variation de paramètre de maille en fonction de temps de broyage

Les paramatres de mailles sont des membrures de cube c'est-à-dire tous changement à ce niveau associe à une changement de forme , à ce cas Les varaition des paramatres de mailles signifie qu'ils y a une changement de forme donc qui va etre expliquer par l'effect continue de broyage

#### **IV.1.2. Les methodes d'analyses micro-structural**

##### **IV.1.2.1. la methode de scherrer**

###### **IV.1.2.1.a. graphique :**

La taille de l'équation de scherrer est de la forme suivant :  $L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$

On trace le  $\cos \theta$  en fonction de  $1/\beta$  de tel sort que l'équation est de la forme :

$$\cos \theta = \frac{K\lambda}{L} * \frac{1}{\beta}$$

Les abscisses et les ordonnées de chaque pic pour chaque cas sont présentées au tableau IV.1 après, on fait une estimation d'un polynôme de degré 1 (une courbe) qui va passer entre les point de chaque pic pour donner une valeur moyenne de taille

donc le taille va être extraire du pente a qui égal à :  $a = \frac{K\lambda}{L}$  donc  $L = \frac{K\lambda}{a}$  et les calculs de pente a et la taille L sont présentés au tableau IV.1

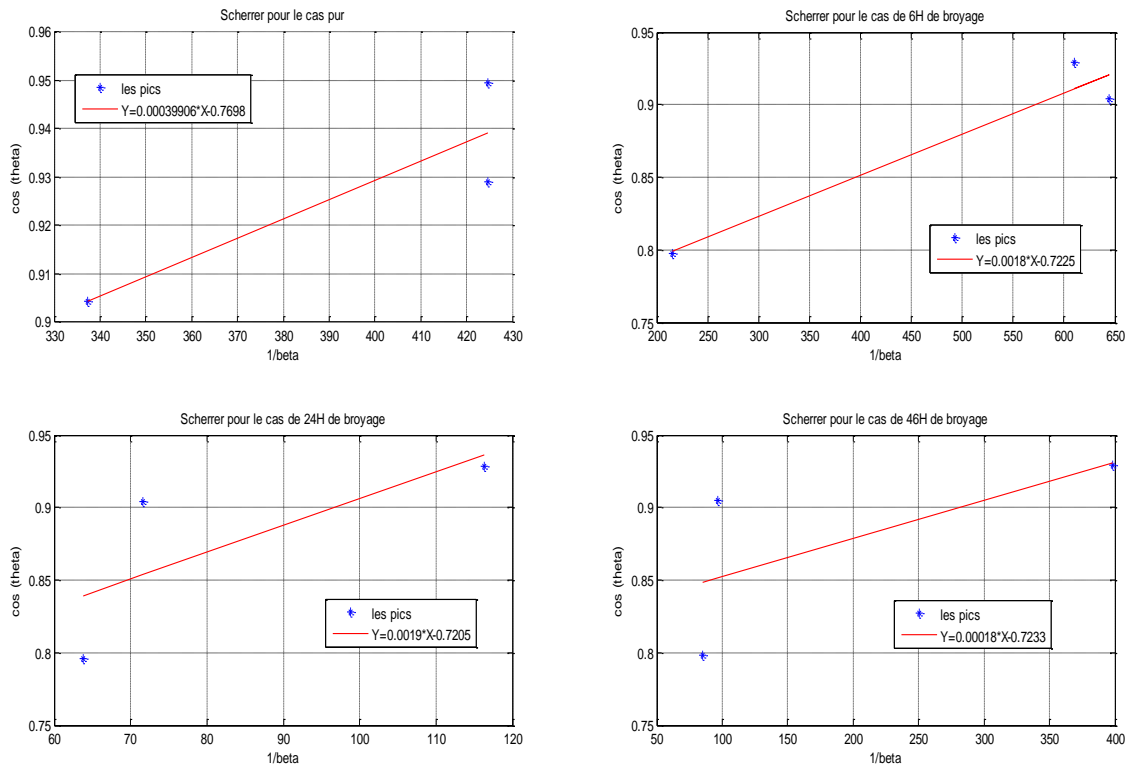


Figure IV.7: la représentation de Scherrer

On trace le  $\cos \theta$  en fonction de  $1/\beta$  de tel sorte que l'équation est de la forme :

$$\cos \theta = \frac{K\lambda}{L} * \frac{1}{\beta}$$

Tableau IV.5 : les résultats obtenus en utilisant de Scherrer

Les pics	Ord	abss	a	D*10 <sup>-7</sup> (m)
111	0,949506	424.62	0,000399055	3.4774238308
200	0.929003	424.6284		
220	0.90436	337.20494		
Les pics	Ord	abss	a	D*10 <sup>-7</sup> (m)
111	0.92915	609.8387	2.84829e-04	4.8719964
200	0.904446	644.099		
220	0.79745	215.5069		
Les pics	Ord	abss	a	D*10 <sup>-7</sup> (m)
111	0.92879	116.2775	0.00185639324	7.47517586
200	0.90398	71.6560		
220	0.79602	63.7651		
Les pics	Ord	abss	a	D*10 <sup>-7</sup> (m)
111	0.929135	398.0891	2.62821e-04	5.27995



200	0.90459	96.5064		
220	0.79793	85.0516		

**IV.1.2.1.b.La variation de diametre :**

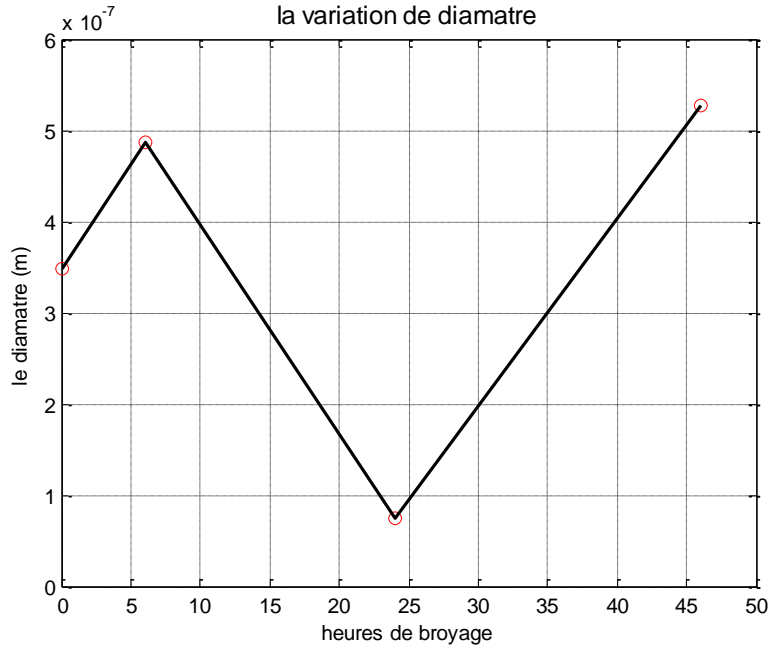


Figure IV.8:la variation de diametre avec la methode de Scherrer

Le variation de diametre ne varie pas d'une maniere uniforme et qui return à la faible precision qui caracterise la methode de scherrer et meme aussi à les erreurs exprimentales , d'autre part la methode de broyage ne donne pas des particules au meme taille aussi

**IV.1.2.2.la methode de Williamson-Hall :**

L'équation de w-h est de la forme :  $y=ax + b$

$$\cos \theta = \frac{K\lambda}{L} + 4\epsilon \sin \theta$$

de tel sort que  $a=4\epsilon$

et  $b=\frac{K\lambda}{L}$

on a tracer  $\beta_{total} \cdot \cos \theta / (\lambda)$  en fonction de  $4 \sin \theta / (\lambda)$  pour les divers cas étudié :

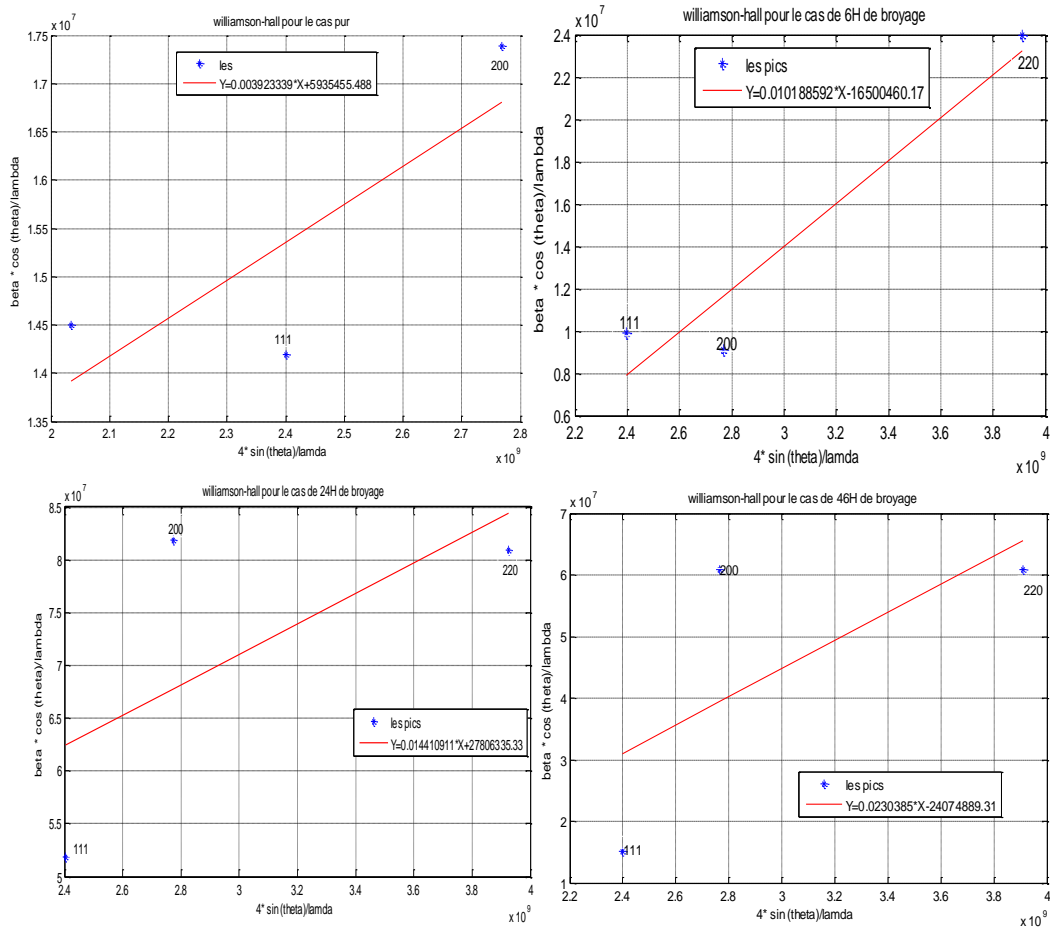


Figure IV.9: la représentation de WH

La méthode de W-H requiert la recherche des pics et on a trouvé que les localisations de ces pics sont (en fonction de  $2\theta$  en  $^\circ$  -degree-) respectivement :

[36.589, 43.462, 50.549] (Cas pur)

[43.416°, 50.528°, 74.263°] (Cas 6h)

[43.527, 50.653, 74.533] (Cas 24h)

[43.421, 50.489, 74.170] (Cas 46h)

Le **Tableau IV.6** résume tous les résultats obtenus tel que :

Ord : sont les ordonnées obtenues à partir de l'équation de Williamson-Hall ( $\frac{\beta \cos(2\theta)}{\lambda}$ )

abss : sont les abscisses obtenues par l'application de la formule W-H ( $\frac{4 \sin(\theta)}{\lambda}$ )

a : est la pente de la courbe d'estimation

Ordabs : sont les points auxquels la droite doit couper l'axe des ordonnées

D : le diamètre moyen obtenu graphiquement calculé par la relation :  $D = \frac{K}{ordabs}$

$\varepsilon$  : la déformation moyenne obtenu graphiquement calculé par la relation :  $\varepsilon = \frac{a}{4}$

Tableau IV.6: les résultats obtenu en utilisant de WH

Le cas pur						
Les pics	Ord*10 <sup>7</sup>	abss*10 <sup>9</sup>	a	Ordabs	$\varepsilon$ *10 <sup>-2</sup> (%)	D*10 <sup>-7</sup> (m)
111	1.45024	2.03484	0.003923339	5935455.488	9.80834 *10 <sup>-2</sup>	1.516311
200	1.41892	2.40013				
220	1.73941	2.76775				
Le cas de 6 h de broyage						
Les pics	Ord*10 <sup>7</sup>	abss*10 <sup>9</sup>	a	Ordabs	$\varepsilon$ *10 <sup>-2</sup> (%)	D*10 <sup>-7</sup> (m)
111	0.78730	2.39771	0.010188592	-16500460.2	0.0025471	0.54543933
200	1.16165	2.76668				
220	2.32505	3.91331				
Le cas de 24 h de broyage						
Les pics	Ord*10 <sup>7</sup>	abss*10 <sup>9</sup>	a	Ordabs	$\varepsilon$ *10 <sup>-2</sup> (%)	D*10 <sup>-7</sup> (m)
111	5.18053	2.40355	0.014410911	27806335.33	0.0025471	0.323667
200	8.18196	2.77307				
220	8.09647	3.92549				
Le cas de 46 h de broyage						
Les pics	Ord*10 <sup>7</sup>	abss*10 <sup>9</sup>	a	Ordabs	$\varepsilon$ *10 <sup>-2</sup> (%)	D*10 <sup>-7</sup> (m)
111	1.51373	2.39798	0.0230385	24074889.31	9.80834	0.37383349
200	6.07921	2.76469				
220	6.08469	3.90912				

1-étude de la variation de diamètre :

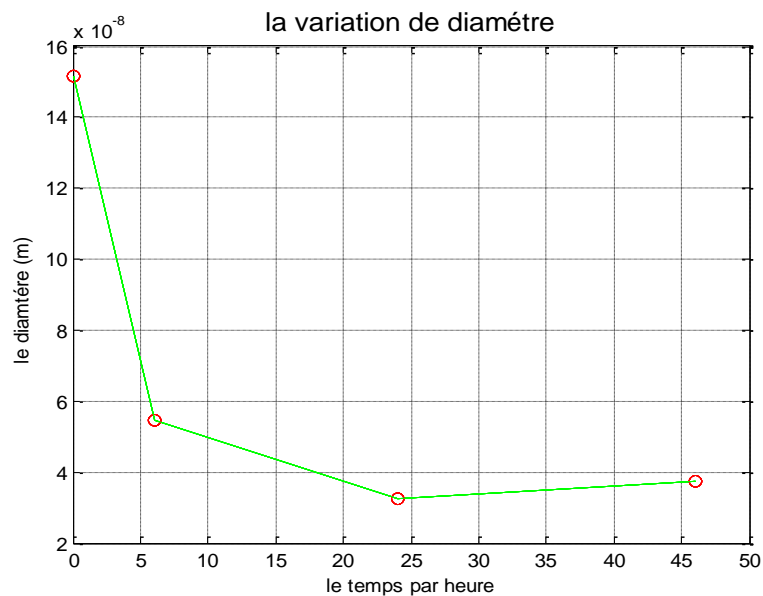


Figure IV.10: la variation de diamètre en fonction de temps de broyage

Dans la figure IV.10, on voit une diminution de diamètre qui signifie qu'il y a une fabrication des structures de plus petit qu'ils sont à partir le graph précédent une particule au nano-échelle au broyage, après la construire des nanoparticules et à certain niveau le broyage ne devient pas puissant de diminuer la taille des particules, ce dernier résultat illustre clairement la limite de synthèse mécanique pour la construire des nanostructures plus petit

2-etude de la variation de déformation :

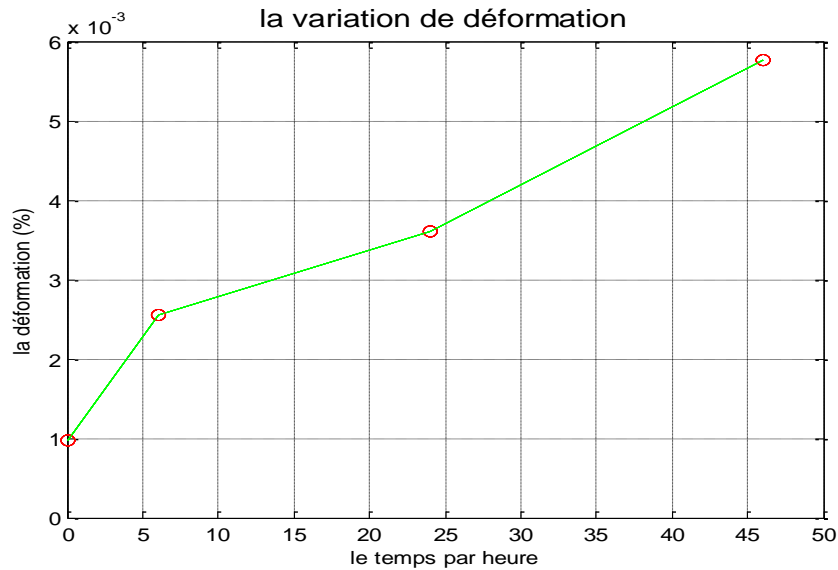


Figure IV.11: la variation de déformation en fonction de temps de broyage

On voit que le pourcentage des particules déformé est augmenté par le temps, donc si le temps de broyage est plus long les particules déformées sont plus, donc c'est un désavantage franc et un problème majeur de cette méthode de synthèse, car où temps où la diminution de diamètre presque stop la déformation même si sa aqité est diminué par le temps (figure IV.12) quand même elle reste effective

## IV.2-l'étude des caractéristiques électromagnétiques :

### IV.2.1.les paramètres S :

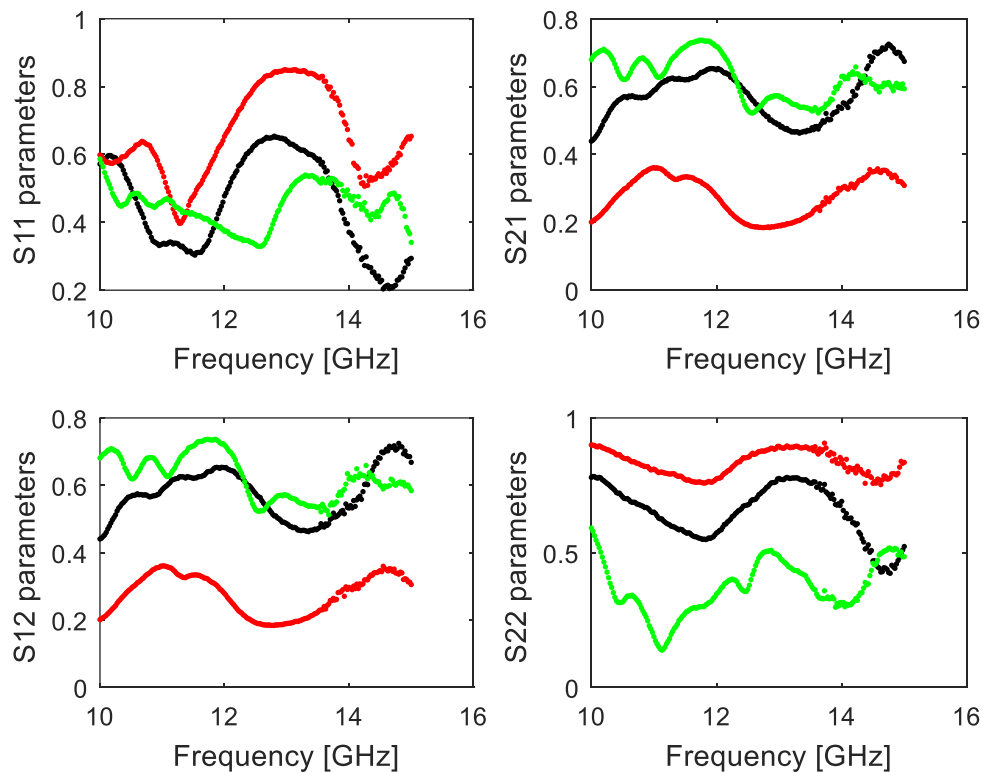


Figure IV.12: représente les paramètres  $S_{ij}$  de l'échantillon des différents temps

**Dans le cas de S11 :** Le paramètre S11 est un coefficient de réflexion au port 1 représente la mesure fait on vide (aucune présence d'un échantillon), cette 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 : ( $\epsilon r = 1$ ,  $\mu r = 1$ )). Le module du paramètre S11 varie entre 0.4 et 0.6, exprimant une intensité de réflexion presque nulle à vide 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 spectre rouge représente la mesure après certain temp (6h de broyage) on a Les mesures de réflexion au niveau du port 1 représentée par le paramètre S11 pour l'échantillon de matériau nanocomposite correspondant à 6h de broyage varie entre 0.4 et 0.9) exprimant une variation de l'intensité de réflexion entre 40% et 90% sur la bande [10- 15 GHz]

Le dernier spectre (spectre vert) on introduit dans la cellule de mesure un échantillon nanocomposite à base de poudre de cuivre nanostructurée pendant 24h 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 40 et 60% au niveau du port 1 (première surface du matériau).

**Dans le cas de S21 :** Le paramètre S21 exprime la transmission du port 1 au port 2 vue dans le spectre on commence dans le premier spectre (spectre noir) Le paramètre S21 qui exprime la transmission du port 1 au port 2 à vide. Il varie entre 0.4 et 0.75 exprimant une intensité de transmission comprise entre 40% et 75% de l'onde incidente

Après 6h de broyage mécanique on voit le spectre rouge qui représente l'intensité de transmission du port 1 vers le port 2 varie de 20% jusqu'à 40%

Et après 24h on a le dernier broyage mécanique on observe spectre vert qui est représenté le paramètre S21 qui exprime la transmission du port 1 au port 2 à 24h. Il varie entre 0.5 et 0.7 exprimant une intensité de transmission comprise entre 50% et 70% de l'onde incidente.

**Dans le cas de S12 :** *le paramètre S12 renseigne sur la transmission du port 2 au port 1.*  
Les

Spectres des paramètres S21 et S12 ont montré à leur tour une variation presque similaire donc on déduit que le paramètre exprime la transmission du port 1 au port 2 est le même que *paramètre renseigne sur la transmission du port 2 au port 1.*

**Dans le cas de S22 :** le paramètre S22 est un coefficient de réflexion mesuré au port 2 de l'échantillon de matériaux, dans le spectre noir le paramètre S22 est une mesure de réflexion à vide effectuée au port 2, on constate qu'il varie de 0.8 à 0.5 Le paramètre S22 est quasi-identique au paramètre S11 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.

Et dans le spectre rouge le paramètre S22 est une mesure de réflexion à 6h effectuée au port 2, on constate qu'il varie de 0.9 à 0.8 puis dans le dernier spectre (spectre vert) le paramètre S22 est une mesure de réflexion à 24h effectuée au port 2, on constate qu'il varie de 0.2 à 0.6.

#### **IV.2.1. des divers paramètres utilisant au blindage :**

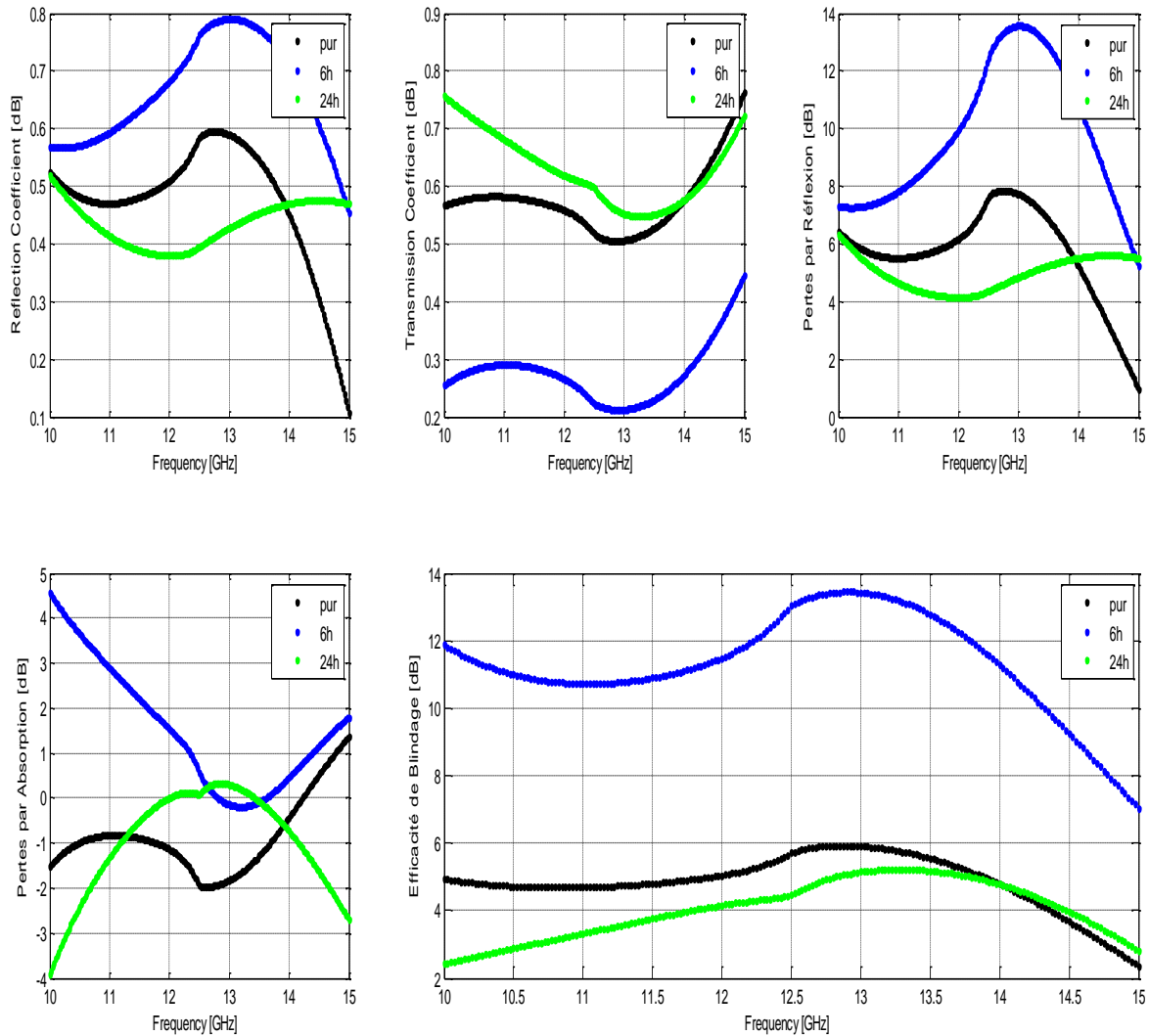


Figure IV.13: la variation des divers paramètres selon le type d'échantillon utilisé

**Cas pur :** l'échantillon à la bande varie de 10 jusqu'à 14 GHz a un coefficient de réflexion, un coefficient de transmission et un pertes de réflexion placé entre les deux autres cas, après le 14 GHz (entre 14 et 15) ce échantillon ont le plus petit coefficient de réflexion et donc la plus petit parte de réflexion et la plus grand valeur de coefficient de transmission qui veut dire que cette matériau il est pas le convenable pour le blindage à cette bande

D'autre part on a une valeur de perte d'absorption acceptable par rapport à celle de 24 h de broyage aux bandes (10 à 11.5 GHz) et (13.5 à 15 GHz) mais il reste plus petit à celle de 6h de broyage

**Cas de 6h de broyage :** On voit pour la bande X de 10 GHz à 15 GHz que l'échantillon broyé à 6h a le plus grand coefficient de réflexion de tel sort que la réflexion réussite le max autour le 13 GHz où 80% de l'onde incidente va être réfléchie qui va donner le perte de réflexion le plus grand pour les 3 cas, et comme la réflexion est proportionnel inversement avec le

coefficient de réflexion, la transmission était pour ce cas la plus bas en comparant avec les deux autres, où temps où on voit que les pertes par absorption était la plus grand pour cette bande excepte la petite partie entre 13.5 GHz et 12.5GHz ,

-car l'efficacité de blindage est la combinaison de divers pertes il est attendu que l'efficacité de ce cas est la meilleur et ça observé clairement au graph d'efficacité de blindage pour le cas de 6h

**Cas 24h :** l'échantillon a la valeur de perte d'absorption la plus grand entre 11.5 GHz et 14 GHz et au même temps elle a la plus petit perte de réflexion qui veut dire le plus grand coefficient de réflexion a cette bande et même à la bande entre 10 GHz et 11.5 GHz

Ce que n'était pas suffisant pour gagner la plus grande efficacité à ces deux bandes et il a resté avec la plus faible valeur, entre 14 GHz et 15 GHz le coefficient de réflexion et les pertes de réflexion bien-sûre étant augmenté passant les valeurs de celle de cas pur, mais comme toujours cette augmentation n'était pas suffisamment pour ont la plus grand efficacité.

- A la fin on conclue que le matériau obtenu après 6h de broyage, il est le meilleur choix pour être comme un revêtement externe d'un blindage électromagnétique à ce bande (bien sûre en comparant avec les autre deux échantillon) car il a la plus grand valeur d'efficacité à cette bande par rapport les deux autres échantillons



## Conclusion :

Ce travail a été entrepris dans le but de connaître l'objectif principal de l'utilisation du revêtement dans l'industrie aéronautique est de minimiser l'effet de la corrosion et de l'usure des composants intégrité. Sinon, dans un équipement aussi responsable et coûteux, ces problèmes entraînent une défaillance qui entraîne de graves effets sur la sécurité et l'économie.

Ce travail a été réalisé dans le but de faire connaître les caractéristiques d'un matériau nanostructuré pour revêtements des avions, Le choix des matériaux constitutifs joue un rôle prépondérant. Cela nous a conduits à donner une idée sur les matériaux composites qui peuvent être utilisé pour le revêtement des avions.

Avec l'avènement des nanomatériaux, les choix se multiplient et s'orientent vers les nanocomposites pour permettre à l'industrie aéronautique de bénéficier des nouvelles propriétés des nanomatériaux. La technique d'alliage mécanique (broyage à billes) peut conduire les matériaux à la dimension nanométrique.

La structure caractérisation par analyse de diffraction des rayons X sur poudre via le Théorie de Halder-Wagner et Microscopie Electronique à Balayage (MEB) montré les propriétés originales des nanomatériaux obtenus. Les nanomatériaux élaborés servent de charges pour produire nanocomposites. Pour étudier le comportement des nanocomposites soumis à l'action d'une onde électromagnétique dans une bande micro-onde, il est nécessaire de caractériser les propriétés du matériau en termes de permittivité diélectrique et perméabilité magnétique.

Le choix de la méthode de caractérisation, la taille et la forme de l'échantillon d'essai disponible, l'équipement et le bandes de fréquences sont étroitement liées. Dans cette étude, nous avons opté pour une technique de transmission/réflexion qui a été réalisée à l'aide d'un guide d'ondes métallique rectangulaire en combinaison avec un réseau analyseur.

La permittivité diélectrique ainsi que la perméabilité magnétique relative des échantillons d'essai mis en forme ont été extraites dans Matlab à l'aide de l'algorithme de Nicholson-Ross-Weir. Les remarques générales qui peuvent être soulignées à l'issue de ce travail sont les suivantes :

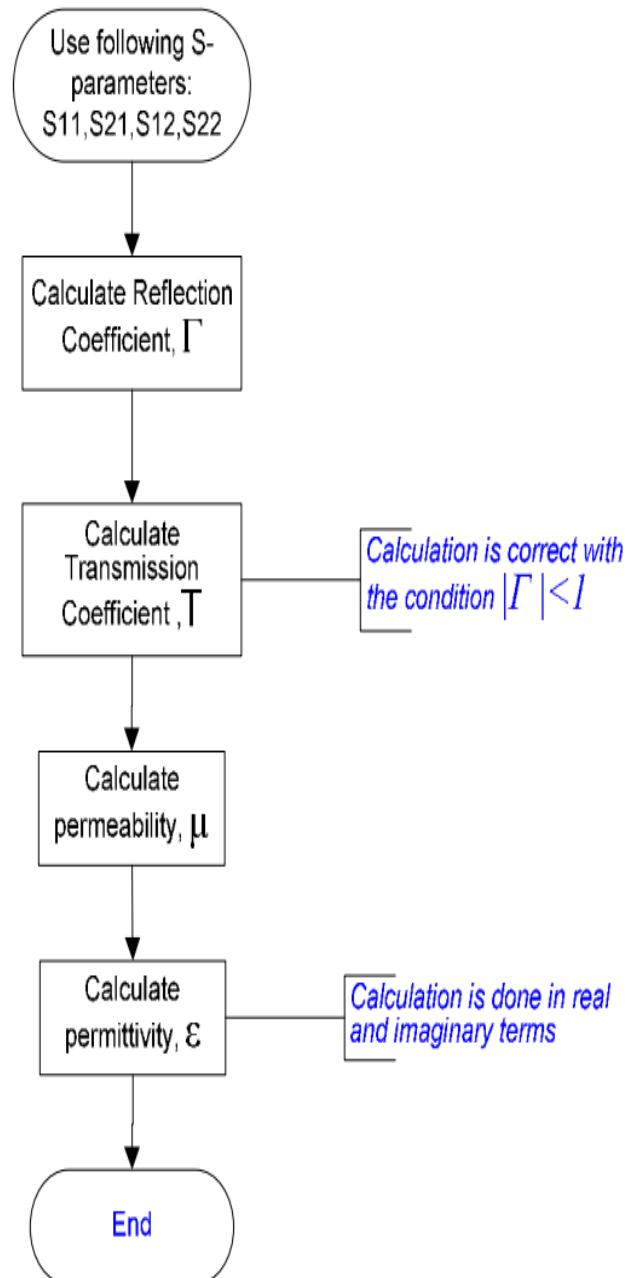
- La production de poudres de cuivre (Cu) nanostructurées par déformation plastique sévère (mécano-alliage) afin d'observer leurs propriétés à l'échelle nanométrique,
- Technique de diffraction des rayons X qui sert à la caractérisation des poudres nanocristallines fournissent des informations sur les structures en étudiant les différents spectres obtenus par diffractomètre XRD.
- Technique de diffraction des rayons X qui sert à la caractérisation du nanocristallin.

- Les propriétés électromagnétiques de ses matériaux varient en fonction de la fréquence dont ils sont exposés.
- l'algorithme de Nicholson Ross Weir est une formulation mathématique de base qui existe pour l'extraction des paramètres électromagnétiques
- La caractérisation électromagnétique utilise des équipements hyperfréquences avancés tels que le guide d'onde métallique et l'analyseur de réseau,
- Technique de diffraction des rayons X qui sert à la caractérisation des poudres nanocristallines fournissent des informations sur les structures en étudiant les différents spectres obtenus par diffractomètre XRD.

# *Annexes*

## Annexes 1

Nicholson Ross Weir  
mathematical model



## Bibliography

1. (Auth.), J. G. (2017). *Defect Structure and Properties of Nanomaterials. Second and Extended Edition*. Institute of Physics University budapest.
2. Alexandre Natã Vicente, G. M. (2011). The Step by Step Development of NRW Method. 1-5.
3. Andrea Delfini, M. A. (14 September 2018). *Advanced Radar Absorbing Ceramic-Based Materials for Multifunctional Applications in Space Environment*. MDPI.
4. BELLALEM Ahmed, B. Y. (2018). Extraction des paramètres électromagnétiques de milieux matériels. *Institut d'aéronautique et des études spatiales*.
5. Caractéristiques électriques du sol. (2017). *international telecommunication union* , 2-3.
6. Filippo Costa, M. B. (9 novembre 2017). Caractérisation électromagnétique des matériaux à. *MDPI*.
7. Gravereau, P. (2011). *Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres*. HAL Archives ouvertes.
8. J. C. T Lee, A. R. (06 juin 2014). X-ray diffraction studies of stripelike ferroelectric domains in thin films of BiFeO<sub>3</sub>.
9. K J VINOY, R. M. (28 oct 1994). *Trends in radarabsorbingmaterials technology*.
10. KAMAR Ali, H. T. (2020). *Caractérisation de la propriété d'absorption micro-ondes dans la bande X (8 - 12.5 GHZ) d'échantillons nanocomposites à base de Fer*. institut d'aeronatique et des études spatiales.
11. Kostorz, E. Z. (11 january 2019). The influence of X-ray diffraction pattern angular range on Rietveld refinement results used for quantitative analysis, crystallite size calculation and unit-cell parameter refinement. *Applied Crystallography*.
12. LETERTRE, T. (18 novembre 2019). *ETUDE DES COMPORTEMENTS ELECTROMAGNETIQUES*.

13. Marzieh Rabiei, A. P. (19 August 2020). Comparing Methods for Calculating Nano Crystal Size of Natural Hydroxyapatite Using X-Ray Diffraction. *MDPI*.
14. Marzieh Rabiei, A. P. (30 may 2021). X-ray Diffraction Analysis and Williamson-Hall Method in USDM Model for Estimating More Accurate Values of Stress-Strain of Unit Cell and Super Cells ( $2 \times 2 \times 2$ ) of Hydroxyapatite, Confirmed by Ultrasonic Pulse-Echo Test. *MDPI*.
15. ROHDE, S. (2012). *Mesure des propriétés des matériaux diélectriques*.
16. Saou Rania, K. H. (2020). Elaboration and characterization of Fe-Co based nanocomposites for aircraft coating. *Institute d'aeronatique et des etudes spatiales*.
17. Sengupta, A. (2015). *Basics to Nanoscience and Nanotechnology*. Springer.
18. Sneha Mohan Bhagyaraj, O. S. (2018). *Synthesis of Inorganic Nanomaterials\_ advances and key technologies*. Elsevier.
19. Snyder, R. J. ((1996)). *Introduction to X-Ray Powder Diffractometry*.
20. Steve J. Chipera, D. L. (10 avril 2013). Fitting Full X-Ray Diffraction Patterns for Quantitative Analysis: A Method for Readily Quantifying Crystalline and Disordered Phases. *scientific research*.
21. VD Mote, Y. P. (2012). Williamson-Hall analysis in estimation of lattice strain in nanometer-sized ZnO particles. 1-8.
22. Yanmin Wang, T. L. (March 7, 2011). *Research Progress on Nanostructured Radar Absorbing Materials*. *scientific research*.