



**UNIVERSITE SAAD DAHLEB- BLIDA 1**  
**Institut d'Aéronautique et des Etudes Spatiales**  
**Département de construction Aéronautique**



**Mémoire de Fin d'Etudes en vue de l'obtention  
du diplôme de Master**  
**Spécialité : Avionique**

***THEME***

**EXTRACTION DES PROPRIETIES  
ELECTROMAGNETIQUE DE MATERIAUX  
D'ABSORPTION MICRO-ONDE (MAM) PAR UNE  
METHODE ITERATIVE**

**Présenté par :**

**AOUICHA Assia**

**BAHAR Maria Aya**

**Encadré par :**

**F. Otmane**

**Devant les membres du jury :**

**Président : A. KRIM Professeur, U. de Blida**

**Examineur : K. Ferhat Maître de conférences, U.S.T.H.B., Alger**

**Blida, juillet 2025**

## **Remerciements**

Au terme de ce travail, nous remercions Dieu Tout-Puissant de nous avoir permis d'accomplir ce mémoire, fruit de plusieurs années d'efforts, de persévérance et de sacrifices.

Nous adressons nos plus sincères remerciements à Madame Otmane Fadhela, notre promotrice, pour avoir assuré l'encadrement de ce travail. Sa rigueur scientifique, sa disponibilité, ses conseils avisés et ses orientations constructives ont été essentiels à la réalisation de ce mémoire. Sa patience et son engagement nous ont accompagnés durant toutes les étapes de ce projet.

Nos remerciements s'adressent également aux membres du jury pour avoir accepté de juger ce travail et pour leurs remarques enrichissantes.

Nous exprimons également notre gratitude à l'ensemble des enseignants qui nous ont formés tout au long de notre parcours universitaire, et qui ont contribué à forger notre esprit scientifique.

Enfin, nos pensées reconnaissantes vont à toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réussite de ce travail.

***Dédicace de BAHAR Maria Aya***

À la mémoire de ma chère mère. Tu n'es plus là, mais chaque étape de ma vie porte ton empreinte. Ton amour, tes prières, ton regard... je les sens encore m'accompagner. Ce travail, je l'ai fait avec toi dans le cœur, pour toi, malgré ton absence. Tu restes ma lumière silencieuse. Allah yarhamk.

À mon père, pour ton soutien silencieux, ta patience, et ta présence forte et rassurante. Tu es mon repère.

À mes frères et à ma sœur Belkis, pour votre affection, vos encouragements et votre façon unique de me faire sentir forte. Belkis, c'est en grande partie grâce à toi que j'ai pu avancer.

À ma tante, pour ton amour maternel et tes mots réconfortants dans les moments les plus difficiles. Tu as été une deuxième mère pour moi.

À mon binôme, pour ta complicité, ton sérieux, et cette belle aventure partagée jusqu'au bout.

À mes amis, pour les rires, les pauses salvatrices, et votre présence précieuse tout au long de ce parcours.

***Dédicace de AOUICHA Assia***

À ma chère mère, que Dieu t'accorde Sa miséricorde et t'accueille dans Son vaste paradis. Tu restes à jamais présente dans mon cœur. Ce travail est aussi l'aboutissement de tes prières, de ton amour inconditionnel et des valeurs que tu m'as transmises. Que cette réussite soit un hommage à ta mémoire.

À mon cher père, pour tous tes sacrifices, ton amour, ta tendresse, ton soutien et tes prières tout au long de mes études. Que Dieu te protège et te récompense pour tout ce que tu as fait pour moi.

À ma chère tante, pour ton amour, ta tendresse et ton soutien moral constant. Tu as été pour moi une deuxième mère, toujours présente dans les moments difficiles. Que Dieu te protège.

À mes chères sœurs, pour leurs encouragements constants et leur précieux soutien moral.

À mes chers frères, pour leur appui indéfectible et leurs encouragements tout au long de mon parcours.

À toute ma famille, pour leur présence, leur bienveillance et leur soutien durant toutes ces années universitaires.

À mon binôme Maria, pour la collaboration, l'entraide et les efforts partagés.

À tous mes chers amis, pour leur amitié sincère, leur motivation et leur présence réconfortante.

Que ce travail soit l'aboutissement de vos vœux les plus chers et le fruit de votre soutien infaillible.

Merci d'être toujours là pour moi.

## Résumé

Ce travail de recherche est consacré à l'extraction des propriétés électromagnétiques des matériaux d'absorption micro-ondes (MAM) utilisés pour dissiper des ondes électromagnétiques dans les applications liées protection des équipements des interférences électromagnétiques et à la réduction de la signature radar. Les échantillons de test utilisés sont des nanocomposites obtenus par dispersion de différentes poudres métalliques nanostructurées : fer, fer broyé, fer- Cobalt et Fer-Cobalt-Néodyme dans une résine polymère. La structure cristalline des poudres a été analysée par diffraction des rayons X, la Williamson-Hall a été utilisée pour déterminer la taille des cristallites et le taux des microdéformations. Les propriétés électromagnétiques ont été évaluées dans la bande X (8 à 12 GHz) par la méthode de transmission/réflexion. La méthode itérative de Newton-Raphson a été implémentée pour l'extraction des paramètres électromagnétiques en termes de permittivité diélectrique et perméabilité magnétique. Les pourcentages de l'efficacité d'absorption et des pertes en réflexion calculés mettent en évidence l'impact des poudres de renfort nanostructurées par mécanosynthèse pour l'amélioration des propriétés d'absorption micro-ondes.

## الملخص

يُكرّس هذا العمل البحثي لاستخراج الخصائص الكهرومغناطيسية للمواد الماصة للأُمواج الميكروية، والتي تُستخدم لتبديد الأُمواج الكهرومغناطيسية في التطبيقات المتعلقة بحماية المعدات من التداخلات الكهرومغناطيسية، وتقليل البصمة الرادارية. العينات المستخدمة في هذا العمل هي نانومركبات تم تحضيرها عن طريق تشتيت مساحيق معدنية نانوية مختلفة (الحديد، الحديد المطحون، الحديد-كوبالت، والحديد-كوبالت-نيوديميوم) داخل راتنج بوليمري كما استخدمت طريقة ويليامسون-هال لتحديد حجم البلورات الدقيقة ومعدل التشوهات المجهرية، تم تقييم الخصائص الكهرومغناطيسية للعينات في نطاق التردد اكس (من 8 إلى 12 غيغاهرتز) باستخدام طريقة الإرسال/الانعكاس. كما تم اعتماد الطريقة التكرارية لنيوتن-رافسون لاستخراج المَعلمات الكهرومغناطيسية، من حيث السماحية الكهربائية والنفاذية المغناطيسية. أظهرت نتائج الحسابات الخاصة بكفاءة الامتصاص ونسب خسائر الانعكاس، الأثر الإيجابي للمساحيق المدعّمة والمحصّرة بتقنية الميكانو-تخليق في تحسين أداء امتصاص الموجات الميكروية

## **Abstract**

This research work is dedicated to the extraction of the electromagnetic properties of microwave absorbing materials (MAMs), which are used to dissipate electromagnetic waves in applications related to the protection of equipment from electromagnetic interference and the reduction of radar signatures. The test samples used are nanocomposites prepared by dispersing various nanostructured metallic powders—iron, milled iron, iron-cobalt, and iron-cobalt-neodymium—into a polymer resin. The crystalline structure of the powders was analyzed by X-ray diffraction, and the Williamson-Hall method was used to determine the crystallite size and the level of macrostrain. Electromagnetic properties were evaluated in the X-band (8 to 12 GHz) using the transmission/reflection method. The Newton-Raphson iterative method was implemented to extract the electromagnetic parameters in terms of dielectric permittivity and magnetic permeability. The calculated absorption efficiency and reflection loss percentages highlight the impact of Mechan synthesized nanostructured reinforcement powders on improving the microwave absorption property.

## Tables des matières

*Remerciements*

*Dédicace de BAHAR Maria Aya*

*Dédicace de AOUICHA Assia*

*Résumé*

*Liste des symboles*

*Liste des Abréviation*

*Introduction générale* ..... 1

### *I.Chapitre I : Matériaux d'absorption micro- ondes (MAM)*

*Introduction* ..... 4

*I. Définition d'un Matériau d'Absorption Micro- ondes* ..... 4

*II. Principe de l'Absorption* ..... 5

*III. Mécanismes de l'Absorption* ..... 6

*III.1. Permittivité d'un matériau absorbant* ..... 7

*III.2. Perméabilité d'un matériau absorbant* ..... 7

*III.3 Effet de peau* ..... 8

*IV. Classes de Matériaux d'Absorption Micro-ondes* ..... 9

*IV.1 MAM résonnants* ..... 9

*IV.2. MAM large bande* ..... 12

*IV.3. MAM basés sur les pertes magnétiques* ..... 13

*IV.4. MAM basés sur les pertes diélectriques* ..... 13

*IV. 5. MAM basés sur les pertes diélectriques et magnétiques* ..... 13

*V. MAM à l'Echelle Nanométrique* ..... 14

*V.1. Définition* ..... 14

*V.2. Nano composites* ..... 14

*V.3. Classification des nanocomposites* ..... 15

*VI. Préparation des nanocomposites* ..... 17

*VII. Synthèse de renforts nanostructurés* ..... 17

*VIII. Application des MAM en Aéronautique* ..... 19



<i>Conclusion</i> .....	20
 <i>II.Chapitre II : Caractérisation des propriétés électromagnétiques</i>	
<i>Introduction</i> .....	22
<i>I. Propriétés Electromagnétiques :</i> .....	22
<i>I.1. Permittivité Diélectrique</i> .....	23
<i>I.2. Types de Polarisation</i> .....	24
<i>I.3. Perméabilité Magnétique</i> .....	27
<i>II. Méthodes de Caractérisation Electromagnétique</i> .....	28
<i>II.1. Méthodes non- résonnantes</i> .....	28
<i>II.2. Méthodes résonnantes</i> .....	29
<i>III. Méthode de Transmission/ Réflexion (T/R)</i> .....	30
<i>III.1. Principe</i> .....	30
<i>III.2. Guide d'ondes métallique rectangulaire :</i> .....	30
<i>III.3. Analyseur de réseaux vectoriel</i> .....	31
<i>III.4. Matrice de dispersion S</i> .....	32
<i>III.5. Méthode de Conversion itérative</i> .....	33
<i>Conclusion</i> .....	38
 <i>III.Chapitre III : Analyse des Propriétés Structurales des Echantillons de Test</i>	
<i>Introduction</i> .....	40
<i>I. Echantillons de Test</i> .....	40
<i>II. Broyage à billes</i> .....	40
<i>II.1. Types de broyage à billes</i> .....	42
<i>II.2. Paramètres de broyage</i> .....	42
<i>II.3. Conditions d'élaboration des échantillons de test</i> .....	43
<i>III. Techniques de Caractérisation des poudres nanostructurées</i> .....	45
<i>III.1. Diffraction des Rayons X (DRX)</i> .....	45
<i>III.2. Microscopes électroniques à balayage</i> .....	49
<i>IV. Analyse des propriétés structurales des échantillons de Test</i> .....	50

<i>IV.1. Analyse microstructurale (DRX)</i> .....	50
<i>IV.2. Analyse Morphologique</i> .....	54
<i>Conclusion</i> .....	56
 <i>IV.Chapitre IV : Propriétés Electromagnétiques des Echantillons de Test</i>	
<i>Introduction</i> .....	58
<i>I. Cellule de Mesure</i> .....	58
<i>II. Paramètres de dispersion S</i> .....	59
<i>III. Paramètres Electromagnétiques</i> .....	63
<i>IV. Pertes en Réflexion</i> .....	66
<i>Conclusion Générale</i> .....	69
<i>Perspectives</i> .....	71
<i>References</i> .....	73

## Liste Des Figures

Figure I-1 Le spectre de la radiation électromagnétique .....	5
Figure I-2 Mécanismes d'absorption d'un absorbeur monocouche .....	6
Figure I-3 l'atténuation d'une onde sinusoïdale avant et après sa pénétration dans un matériau absorbant .....	9
Figure I-4 Les couches absorbantes de Salisbury .....	10
Figure I-5 les couches absorbantes de Jaumann .....	11
Figure I-6 les couches absorbantes de Dallenbach .....	11
Figure I-7 La forme des métamatériaux .....	12
Figure I-8 Adaptation d'impédance appliquant (a) une transition géométrique utilisant la forme pyramidale et (b) une configuration multicouche .....	12
Figure I-9 Conception d'un résonateur à éléments localisés .....	13
Figure I-10 Echelle de taille en nanomètres comparant les nanostructures a des objets plus communs .....	14
Figure I-11 Micrographe de nanoparticules d'Aluminium .....	15
Figure I-12 Micrographe de nanofils de ZnO .....	16
Figure I-13 Micrographe de nanotubes de Carbone sur un support de Silicium .....	16
Figure I-14 Micrographe de nano- couches de CuCr .....	17
Figure II-1 Variation de la permittivité diélectrique en fonction de la fréquence Pour un diélectrique hypothétique (idéal : à conductivité nulle) . .....	24
Figure II-2 polarisation électronique .....	25
Figure II-3 déplacements du nuage d'électrons par rapport au noyau positif .....	25
Figure II-4 déplacement mutuel des ions .....	26
Figure II-5 Polarisation macroscopique .....	26
Figure II-6 l'effet de la polarisation dipolaire .....	26
Figure II-7 Variation de la permittivité diélectrique en fonction de la fréquence Pour un matériau ferromagnétique hypothétique (aimantation maximale) .....	27
Figure II-8 Méthodes à réflexion, (a) : à réflexion ouverte, (b) : à réflexion court- circuitée ..	29
Figure II-9 Méthode de transmission réflexion à ligne coaxiale .....	29
Figure II-10 mesure en utilisant la méthode TR avec un guide d'onde .....	30
Figure II-11 schémas des blocs de l'analyseur de réseau, (b) schéma synoptique de l'analyseur de réseau .....	32
Figure II-12 mesures des paramètres S .....	33
Figure II-13 circuits à 2 ports pour mesurer des paramètres .....	33
Figure II-14 Echantillon de matériau diélectrique dans une ligne de transmission .....	34

Figure II-15 Processus itératif de conversion (sauf qu'on a jacobien du 4*4).....	38
Figure III-1 Principe du broyage mécanique.....	41
Figure III-2 Evolution du mélange de deux poudres A (blanc) et B (hachuré) montrant les phénomènes de déformations plastiques (1, 3), fractures (1, 2) et collages (2, 3). ....	42
Figure III-3 Principe de rotation : jarres – roue solaire dans un broyeur planétaire. ....	45
Figure III-4 Diffractomètre de rayons X et son principe de fonctionnement.....	46
Figure III-5 Diffraction d'un faisceau de RX par une famille de plans (hkl).....	47
Figure III-6 Représentation des largeurs intégrale et à mi-hauteur FWHM d'un profil de raie. ....	48
Figure III-7 microscope électronique à balayage JEOL.....	49
Figure III-8 Spectre DRX des poudres élémentaires.....	50
Figure III-9 Spectre DRX des poudres de fer élémentaire, FeCo broyé et FeCoNd broyé.....	51
Figure III-10 Spectre DRX des poudres de fer élémentaire et Fer broyé.....	52
Figure III-11 des pics de diffraction de rayons X et leurs courbes de tendance linéaire.....	53
Figure III-12 Micrographes Electroniques à Balayage : fer pur.....	54
Figure III-13 Micrographes Electroniques à Balayage : fer broyé (36h). ....	55
Figure III-14 Micrographes Electroniques à Balayage : fer broyé (36h). ....	55
Figure IV-1 Cellule de caractérisation électromagnétique. ....	59
Figure IV-2 Modules de paramètres.....	60
Figure IV-3 phases de paramètres. ....	60
Figure IV-4 l'évolution du pourcentage d'absorption électromagnétique en fonction de la fréquence. ....	61
Figure IV-5 modules de paramatres S (bleu'fe co 36h' maganta 'a vide' noir 'fe co nd 36h')	62
Figure IV-6 Pourcentage d'absorption effective en fonction de la fréquence.....	63
Figure IV-7 Spectres de la permittivité réelle. ....	64
Figure IV-8 Spectres de la permittivité imaginaire. ....	65
Figure IV-9 Spectres de la perméabilité magnétique réelle ....	65
Figure IV-10 Spectres de la perméabilité magnétique imaginaire. ....	66
Figure IV-11 Spectres des pertes en réflexion. ....	67
Figure IV-12 Procédure générale pour effectuer la caractérisation électromagnétique.....	68

## Liste des tableaux

Tableau III-1 Conditions de broyage.....	44
Tableau III-2 Résultats obtenus en utilisant la méthode de Williamson- Hall.....	54

## Liste des symboles

E	: Champ électrique
D	: Densité de flux électrique
B	: Densité de flux magnétique
H	: Intensité magnétique
J	: Densité de courant électrique
J	: Matrice Jacobienne
$\rho$	: Densité de charge
$\sigma$	: Conductivité du milieu
$P_e$	: Polarisation électrique
$P_m$	: Polarisation magnétique
$\chi_e$	: Susceptibilité électrique
$\chi_m$	: Susceptibilité magnétique
$P_0$	: Moment électrique d'un dipôle
q	: Charge positive
$\alpha$	: Longueur du dipôle
$\alpha$	: Constante d'atténuation
$\delta$	: Profondeur de peau d'un matériau absorbant
$\gamma_g$	: Constante de propagation du guide d'onde
f	: Fréquence de coupure du guide d'onde
$\tan(\delta_e)$	: Tangente de perte diélectrique
$\tan(\delta_m)$	: Tangente de perte magnétique
Z	: Impédance caractéristique
ZL	: Impédance de charge
$Z_0$	: Impédance caractéristique du vide
T	: Période
T	: Coefficient de transmission
L <sub>tot</sub>	: Longueur du porte-échantillon du guide d'onde
F(X)	: Système d'équations
X	: Vecteur d'initialisation

$d_{hkl}$  : Distance interréticulaire  
(h,k,l) : Indices de Miller  
 $\theta$  : Angle de diffraction  
 $2\theta$  : Angle de Bragg (diffraction)  
 $\lambda$  : Longueur d'onde du faisceau de rayons X  
 $\epsilon$  : Déformation  
 $c$  : Vitesse de la lumière  
 $\Gamma$  : Coefficient de réflexion  
 $\epsilon_0$  : Permittivité du vide  
 $\mu_0$  : Perméabilité du vide  
 $\epsilon_r$  : Permittivité diélectrique relative  
 $\epsilon'$  : Partie réelle de la permittivité diélectrique  
 $\epsilon''$  : Partie imaginaire de la permittivité diélectrique  
 $\mu_r$  : Perméabilité magnétique relative  
 $\mu'$  : Partie réelle de la perméabilité magnétique  
 $\mu''$  : Partie imaginaire de la perméabilité magnétique  
 $f$  : Fréquence  
 $\gamma$  : Constante de propagation  
 $\omega$  : Pulsation  
 $\text{\AA}$  : Ångström  
 $K$  : Constante de forme  
 $\beta$  : Largeur à mi-hauteur  
 $D$  : Taille des grains  
 $S_{ij}$  : Paramètres de dispersion  
 $S_{11}$  : Coefficient de réflexion au port 1  
 $S_{22}$  : Coefficient de réflexion au port 2  
 $S_{12}$  : Coefficient de transmission du port 2 au port 1  
 $S_{21}$  : Coefficient de transmission du port 1 au port 2  
 $S$  : Matrice de dispersion  
 $d$  : Épaisseur de l'échantillon  
 $A_{eff}$  : Absorption effective  
 $RL$  : Pertes par réflexion

## Liste des Abréviation

DRX : Diffraction des Rayons X

DUT : Device Under Test (Dispositif sous test)

EM : Electromagnetic (Électromagnétique)

FWHM : Full Width at Half Maximum (Largeur à mi-hauteur)

MAM : Matériaux d’Absorption Micro-onde

MEB : Microscope Électronique à Balayage

MUT : Material Under Test (Matériau sous test)

NIST : National Institute of Standard and Technology

NRW : Nicholson-Ross-Weir

PEC : Perfect Electric Conductor (Conducteur Électrique Parfait)

RADAR : Radio Detection And Ranging

RAM : Radar Absorbing Material (Matériau absorbant les ondes radar)

T/R : Transmission/Réflexion

TE : Transverse Électrique

TEM : Transverse Électromagnétique

TM : Transverse Magnétique

U.V. : Ultra-Violet

VNA : Vector Network Analyzer (Analyseur de réseau vectoriel)

WH : Williamson–Hall

## ***Introduction générale***



### **Introduction générale**

Depuis plusieurs décennies, l'évolution rapide des systèmes de télécommunication, des radars et de l'électronique embarquée a entraîné un intérêt croissant pour le contrôle et la gestion des ondes électromagnétiques. Cette problématique est d'autant plus cruciale dans des domaines sensibles comme l'aéronautique, le spatial, les télécommunications ou encore la défense, où la présence d'ondes indésirables peut engendrer des perturbations, des pertes de performance, voire des risques de sécurité. Dans ce contexte, les matériaux absorbants micro-ondes (MAM) sont devenus des solutions incontournables pour réduire la réflexion des ondes, protéger les équipements électroniques et contribuer à la furtivité des engins militaires.

Les MAM sont des matériaux fonctionnels conçus pour absorber l'énergie des ondes électromagnétiques incidentes et la dissiper, le plus souvent sous forme de chaleur. Leur efficacité repose sur plusieurs paramètres physiques essentiels tels que la permittivité complexe, la perméabilité, l'impédance électromagnétique ou encore la structure interne du matériau. Pour atteindre une absorption efficace, il est nécessaire d'assurer une bonne adaptation d'impédance à l'interface air/matériau, ainsi qu'une capacité de dissipation élevée à l'intérieur du corps absorbant. Différents types de MAM ont été développés : des structures monocouches résonantes, des multicouches, des formes pyramidales à gradient d'impédance, ainsi que des métamatériaux et des nano-composites.

L'objectif de ce travail est d'élaborer, par mécanosynthèse, des matériaux absorbants nanostructurés capables d'assurer une absorption efficace dans la bande de fréquences des micro-ondes, plus particulièrement la bande X (8 à 12 GHz). La mécanosynthèse, technique de broyage à haute énergie, permet l'obtention de poudres homogènes et ultrafines, ce qui améliore significativement les propriétés structurales et électromagnétiques des matériaux. En variant les paramètres de broyage et la composition des mélanges, il est possible d'ajuster les caractéristiques des échantillons afin d'optimiser leur réponse aux ondes.

Une caractérisation structurale a été menée sur les échantillons obtenus à l'aide de la diffraction des rayons X (DRX), une méthode non destructive qui permet d'identifier les phases cristallines, de calculer les paramètres de maille et d'estimer la taille des cristallites. Les analyses ont été approfondies à l'aide des méthodes de Scherrer et Williamson-Hall afin de déterminer également les microcontraintes internes. Ces résultats sont essentiels pour établir un lien entre les conditions de synthèse et la microstructure des matériaux.

Par ailleurs, une étude électromagnétique a été réalisée pour évaluer les performances d'absorption des échantillons. À l'aide d'un analyseur de réseau vectoriel (VNA), les

paramètres de réflexion et de transmission ( $S_{11}$ ,  $S_{21}$ ) ont été mesurés, puis traités selon la méthode de Newton pour obtenir la permittivité et la perméabilité complexes. Ces données ont permis d'analyser le comportement du matériau face à un champ électromagnétique et d'identifier les configurations offrant la meilleure efficacité d'absorption.

Le mémoire est structuré en plusieurs parties. Le premier chapitre présente les notions théoriques essentielles sur les matériaux absorbants et les mécanismes d'absorption des micro-ondes. Le second chapitre est consacré aux propriétés électromagnétiques des matériaux et aux méthodes de caractérisation. Le troisième chapitre porte sur la synthèse expérimentale des échantillons par mécanosynthèse ainsi que leur caractérisation structurale. Enfin, le quatrième chapitre traite de l'étude électromagnétique des matériaux élaborés et de l'évaluation de leurs performances dans la bande

# **I. Chapitre I : Matériaux d'absorption micro-ondes (MAM)**

### Introduction

Aujourd'hui, de la fabrication des radômes aux revêtements furtifs des avions de chasse, l'industrie aéronautique se repose de plus en plus sur des matériaux ayant la capacité d'absorber les micro-ondes. Au cours du temps, deux principales catégories de matériaux absorbants ont émergé : les absorbants électromagnétiques généraux d'une part, et les matériaux d'absorption micro-ondes (MAM) d'autre part. Toutes ces familles se basent sur les concepts théoriques de conditions d'adaptation d'impédance, permittivité et perméabilité complexes, l'effet de peau, ou encore le découpage par bandes de fréquence. Par la suite, on a vu l'émergence de diverses sortes de matériaux d'absorption micro-ondes : les absorbants diélectriques, qui dépendent des pertes dipolaires et interfaciales, et les absorbants magnétiques, qui font appel à la résonance ferromagnétique et aux courants de Foucault. Les performances électromagnétiques, évaluées en termes de pertes diélectriques et magnétiques, constituent le centre d'intérêt de toute recherche sur les matériaux absorbants. Ces progrès se concrétisent par des applications pratiques en aéronautique : diminution de la signature radar, protection des dispositifs avioniques, perfectionnement des radômes ou séparation des réseaux d'antennes.

### I. Définition d'un Matériau d'Absorption Micro- ondes

Les matériaux d'absorption micro- ondes (MAM) sont une sorte de matériaux fonctionnels apte de dissiper des ondes électromagnétiques par conversion en énergie thermique. Les MAM attirent de plus en plus d'attention en raison de leurs applications importantes en technologie micro- ondes et en détection radar.

La gamme des micro- ondes (0.3 – 300 GHz) est l'une des parties les plus développées du spectre électromagnétique en termes de dispositifs et matériaux. Cependant, des défis subsistent dans la conception et la réalisation pratique d'absorbants micro- ondes efficaces pour une utilisation résonnante et à large bande. Ces défis sont légèreté et/ou minceur, transparence optique, rigidité mécanique ou flexibilité, stabilité thermique, conduction ou isolation de la chaleur et respect de l'environnement.

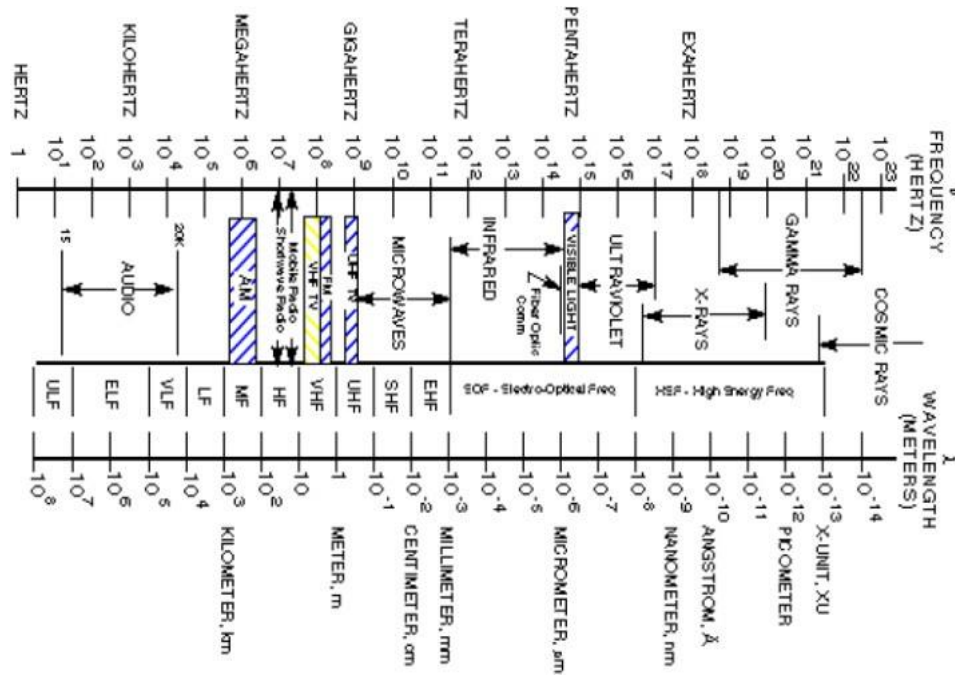
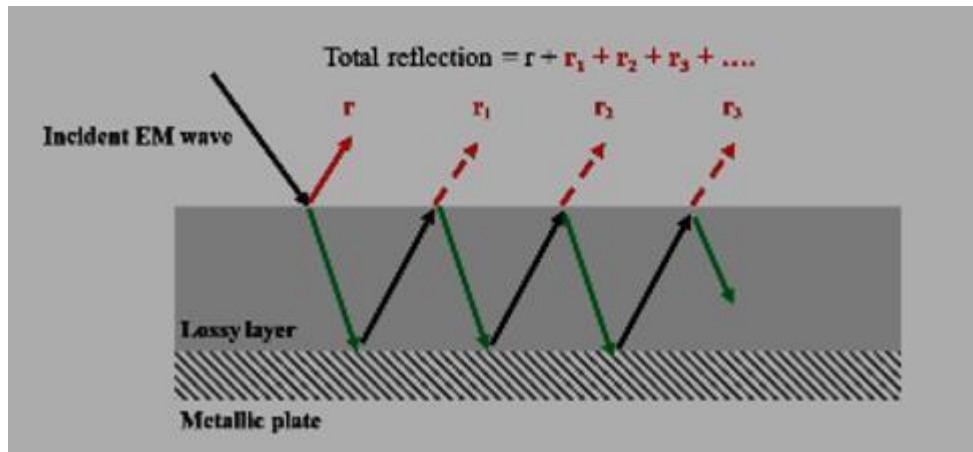


Figure I-1 Le spectre de la radiation électromagnétique

## II. Principe de l'Absorption

L'interaction d'une onde électromagnétique avec un matériau absorbant les micro- ondes peut être décrite par la conversion de l'énergie électromagnétique en énergie thermique. D'après le principe de conservation de l'énergie, lorsqu'une onde électromagnétique atteint la surface d'un matériau, elle peut être réfléchie, atténuée ou transmise à travers ce dernier. La réaction du matériau à l'onde est fonction de ses propriétés électromagnétiques. Lorsqu'une onde électromagnétique atteint la surface d'un matériau absorbant (Figure 1.2), une portion de cette onde ( $r$ ) est réfléchie, tandis qu'une autre partie est transmise à l'intérieur du matériau. Cette onde transmise sera partiellement absorbée par le matériau ou réfléchie à plusieurs reprises à l'intérieur par la plaque métallique (Figure 1.2). Toutefois, aucune diffusion vers un autre milieu ne se produira puisque la plaque métallique (ou conducteur électrique parfait (PEC)) agit comme un réflecteur qui entrave la transmission des ondes électromagnétiques ; qui entrave la propagation des ondes électromagnétiques ; en d'autres termes, le PEC va réfléchir les ondes EM qui arrivent à l'arrière pour empêcher leur transmission. Ainsi, la réflexion totale est le résultat de différentes réflexions internes partielles  $r_1, r_2, r_3, \dots$  et de la réflexion  $r$  qui se produit à la première interface air/matériau en raison d'un décalage d'impédance entre ces deux milieux. Le matériau absorbant doit d'abord garantir une correspondance (adaptation) d'impédance à cette interface air/matériau pour éviter toute réflexion à la surface. Ensuite, il doit permettre une bonne absorption grâce à la couche dissipative pour atténuer les ondes électromagnétiques qu'il contient.



*Figure I-2 Mécanismes d'absorption d'un absorbeur monocouche [1]*

### III. Mécanismes de l'Absorption

L'absorption est un transfert de l'énergie de l'onde incidente au matériau. La propriété fondamentale d'un MAM est de dissiper l'énergie de l'onde incidente en chaleur via différents mécanismes de perte dans le matériau. Ces mécanismes incluent principalement :

- Les pertes diélectriques provoquées par la polarisation retardée des dipôles électriques, qui, soumis à un champ électrique alternatif tentent de s'aligner avec le champ, des retards et des frictions intermoléculaires surviennent, dissipant l'énergie sous forme de chaleur. Ces pertes sont particulièrement significatives dans les matériaux contenant des molécules polaires, comme l'eau, où la rotation des dipôles contribue à l'absorption des micro-ondes.
- Les pertes magnétiques qui sont associées à la réponse des moments magnétiques d'un matériau à un champ magnétique alternatif. Ces pertes peuvent être attribuées à plusieurs phénomènes tels que la résonance ferromagnétique (les moments magnétiques précèdent autour du champ magnétique, absorbant de l'énergie), Les pertes par hystérésis (liées à l'énergie dissipée lors des cycles d'aimantation et de désaimantation) et les courants de Foucault (induits dans les matériaux conducteurs par des champs magnétiques variables, générant de la chaleur). Ces pertes sont particulièrement importantes dans les matériaux ferromagnétiques, tels que les ferrites, qui sont souvent utilisés dans les applications d'absorption des micro-ondes.
- Les pertes conductrices (résistivité électrique interne),
- Les phénomènes d'interférences internes et de résonance multiple dus à la structure du matériau.
- La capacité d'un MAM à absorber les micro-ondes est déterminée par plusieurs paramètres constitutifs complexes :

- Permittivité relative complexe  $\epsilon_r = \epsilon' - j\epsilon''$  qui mesure la réponse du matériau au champ électrique. La constante diélectrique  $\epsilon'$  mesure la capacité du matériau à se polariser tandis que le facteur de pertes diélectriques  $\epsilon''$  quantifie l'énergie dissipée.
- Perméabilité relative complexe  $\mu_r = \mu' - j\mu''$  qui mesure la réponse du matériau au champ magnétique,
- Impédance électromagnétique qui doit idéalement être adaptée à celle du vide (ou de l'air) pour minimiser la réflexion des ondes à l'interface air- matériau.

Outre ces propriétés intrinsèques, la structure des matériaux joue un rôle crucial dans leur efficacité. Les matériaux composites, nanostructurés ou métamatériaux sont souvent privilégiés car ils permettent un contrôle fin des mécanismes de dissipation grâce à l'ingénierie de leur architecture interne. [1]

### III.1. Permittivité d'un matériau absorbant

Les pertes diélectriques d'un matériau proviennent principalement de deux processus : la polarisation et la conduction. Lorsqu'un matériau diélectrique (non- conducteur), dont les charges dominantes (positives et négatives) sont immobiles, est exposé à un champ électrique  $\vec{E} \rightarrow$ , ces charges seront mises en mouvement par l'effet de ce champ. Cela entraînera un alignement des dipôles en fonction de la direction du champ électrique, créant ainsi le déplacement électrique  $\vec{D} \rightarrow$ . Le déplacement des charges électriques induit par le changement de direction du champ électrique s'accompagne de pertes d'énergie. Toutefois, lorsqu'un matériau conducteur est exposé à un champ électrique  $\vec{E} \rightarrow$ , les charges libres sont mises en mouvement et le déplacement de ces charges entraîne également des pertes d'énergie par l'effet Joule.

### III.2. Perméabilité d'un matériau absorbant

Les pertes magnétiques d'un matériau proviennent également de divers mécanismes. Lorsqu'un matériau magnétique, représenté par des dipôles magnétiques orientés de manière aléatoire, est exposé à un champ magnétique, ces dipôles magnétiques ont tendance à s'orienter dans la direction du flux magnétique  $\vec{B} \rightarrow$  grâce à l'alignement et la rotation du spin de magnétisation. La modification survenue dans cette situation entraînera la conversion de l'énergie des ondes électromagnétiques en énergie thermique, ce qui provoquera l'absorption des micro-ondes. Les pertes magnétiques peuvent également provenir de courants induits (également appelés courants de Foucault), qui sont des boucles de courant électrique générées à l'intérieur des conducteurs par la variation du champ magnétique dans le conducteur. Le phénomène de résonance ferromagnétique est également un mécanisme d'absorption et il est lié

## Chapitre I : Matériaux d'absorption micro- ondes (MAM)

---

à l'orientation du matériau ainsi qu'à la force du champ magnétique. L'énergie dissipée par ces divers mécanismes se convertira également en chaleur.

Le mécanisme d'absorption électromagnétique est fonction de la permittivité diélectrique relative  $\epsilon_r$  et de la perméabilité magnétique relative  $\mu_r$  du matériau. La permittivité diélectrique reflète les mécanismes de polarisation et de conduction d'un matériau diélectrique face à un champ électrique appliqué, tandis que la perméabilité magnétique indique la capacité de magnétisation et les processus des courants de Foucault dans un matériau lorsqu'un champ magnétique est appliqué. Ces quantités sont complexes, la partie réelle étant liée à la capacité du matériau à emmagasiner de l'énergie, tandis que la partie imaginaire est associée à sa faculté de dissiper cette énergie lorsqu'il est soumis à des champs électriques et magnétiques externes:

$$\epsilon_r = \epsilon_0(\epsilon'_r - j\epsilon''_r) \quad (1)$$

$$\mu_r = \mu_0(\mu'_r - j\mu''_r) \quad (2)$$

Avec :

$\epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12} \text{ F/m}$  Représentant la permittivité du vide

$\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ H/m}$  Désignant la perméabilité du vide.

Les pertes diélectriques et magnétiques sont définies par les équations (3) et (4) respectivement :

$$\tan \delta_0 = \frac{\epsilon''_r}{\epsilon'_r} \quad (3)$$

$$\tan \delta_m = \frac{\mu''_r}{\mu'_r} \quad (4)$$

### III.3 Effet de peau

Lorsque des ondes électromagnétiques se propagent dans un matériau dissipatif, leurs champs électriques subissent une atténuation exponentielle à travers ce matériau. La Figure 1.3 illustre l'exemple d'un coefficient d'atténuation d'une onde avant et après sa traversée d'un matériau absorbant. Dans cet exemple, l'interface qui divise les deux milieux (air et absorbeur) se trouve à la position  $x = 200$ . À partir de cette interface, l'onde a commencé à être atténuée de manière exponentielle  $e^{-\alpha x}$ , où  $x$  représente la distance parcourue par l'onde et  $\alpha$  correspond à l'atténuation de l'onde lors de sa propagation. La profondeur de pénétration du matériau est la distance à laquelle l'énergie des ondes est diminuée de  $\frac{1}{e} = 37\%$  de la puissance incidente et elle est inversement proportionnelle à  $\alpha$  :



$$\delta = \frac{1}{\alpha}$$

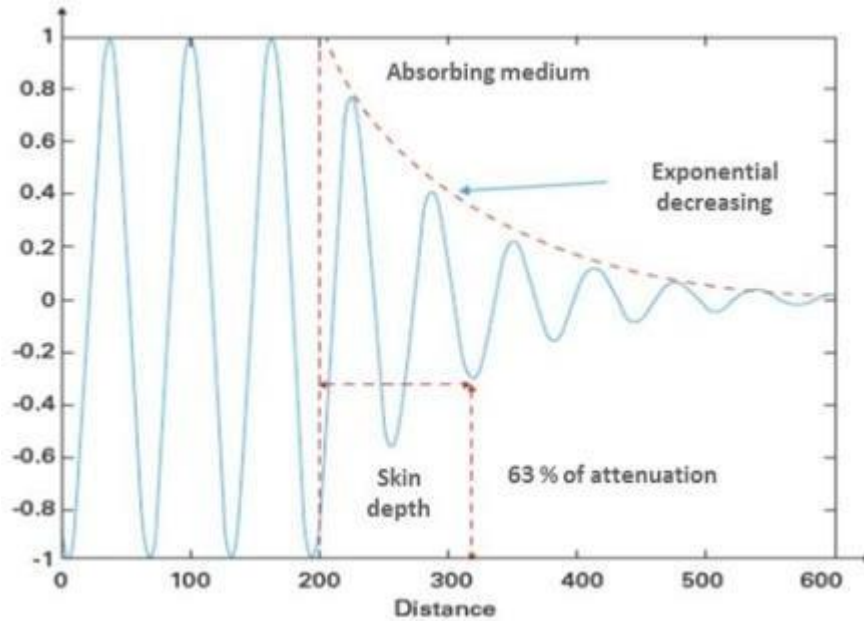
La profondeur de peau  $\delta$  d'un matériau absorbant est également inversement proportionnelle aux propriétés diélectriques et magnétiques, à la fréquence  $\omega = 2\pi f$  et à la conductivité du matériau comme le montre l'équation (6).

Où :

$$\delta = \frac{1}{\alpha} \quad (5)$$

Avec :

$$\alpha = \omega \sqrt{\varepsilon \mu} \left[ \frac{1}{2} \left( -1 + \sqrt{1 + \left( \frac{\sigma}{\omega \varepsilon} \right)^2} \right) \right]^2 \quad (6)$$



*Figure I-3 l'atténuation d'une onde sinusoïdale avant et après sa pénétration dans un matériau absorbant [1]*

### IV. Classes de Matériaux d'Absorption Micro-ondes

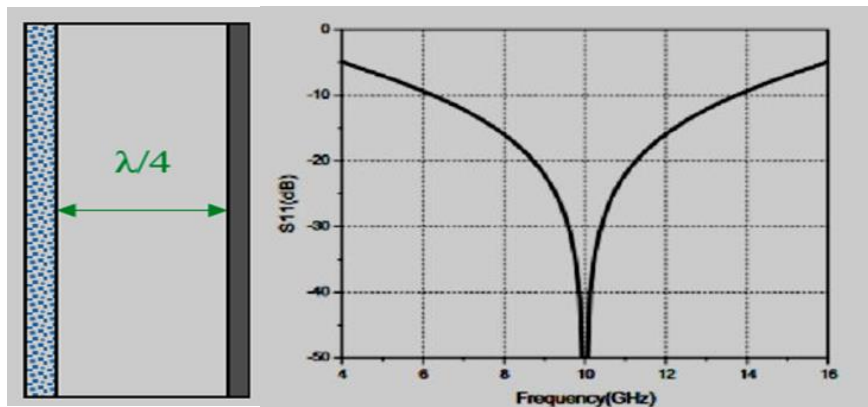
Actuellement, il existe une diversité de matériaux d'absorption micro-ondes, chaque matériau montre des propriétés d'absorption optimales dans une plage de fréquence spécifique et selon certains paramètres de contrôle. En fonction de leur largeur de bande, les MAM peuvent être à bande étroite (résonnants) ou bien large bande.

#### IV.1 MAM résonnants

Dans la classe des MAM à bande étroite, on trouve :

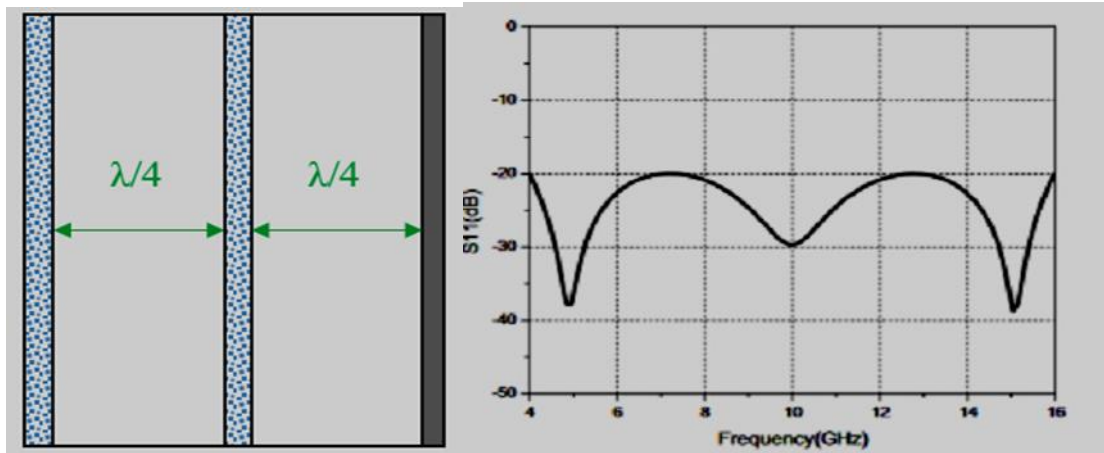
- Les absorbeurs d'écran Salisbury.
- Les absorbeurs à couches de Jaumann.
- Les absorbeurs à couches de Dallenbach.
- Les absorbeurs métamatériaux

L'absorbeur Salisbury est le plus ancien et le plus simple des écrans absorbants à bande étroite. Il se compose d'une couche résistive mince suivie d'une couche diélectrique sans pertes d'épaisseur  $\frac{\lambda}{4}$ , utilisée comme séparateur entre la couche résistive et un plan conducteur parfait. L'onde électromagnétique incidente dans l'absorbeur se réfléchit en premier sur la couche résistive, ensuite sur le plan métallique. Lorsque les deux ondes réfléchies sont déphasées de  $180^\circ$ , une résonance est atteinte (réflexion nulle).



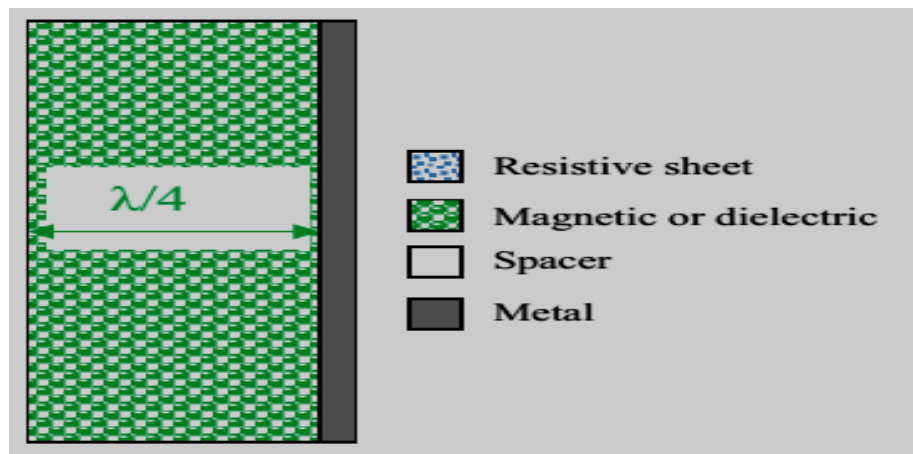
**Figure I-4 Les couches absorbantes de Salisbury [1]**

Les couches absorbantes de Jaumann sont une extension de l'absorbeur d'écran Salisbury. Elles consistent en deux ou plusieurs films résistifs insérés entre des séparateurs d'épaisseur  $\frac{\lambda}{4}$ . Les films résistifs sont conçus pour opérer à des fréquences distinctes ce qui fournit des pics de résonances selon le nombre de films résistifs et l'épaisseur du séparateur.



**Figure I-5 les couches absorbantes de Jaumann [1]**

Les couches absorbantes de Dallenbach sont constituées de matériaux à pertes magnétiques ou diélectriques terminées par une plaque métallique. L'épaisseur, la perméabilité magnétique et/ou la permittivité diélectrique du matériau contribue à minimiser la réflexion à une fréquence désirée. Pour l'absorbeur de Dallenbach, l'absorption a lieu dans la couche diélectrique ou magnétique.



**Figure I-6 les couches absorbantes de Dallenbach[1]**

Les métamatériaux sont conçus sous forme de motifs conducteurs imprimés sur un substrat diélectrique mince (technologie micro-ruban). Les pics de résonance produits dépendent de la taille, de la forme et de l'arrangement des motifs conducteurs.

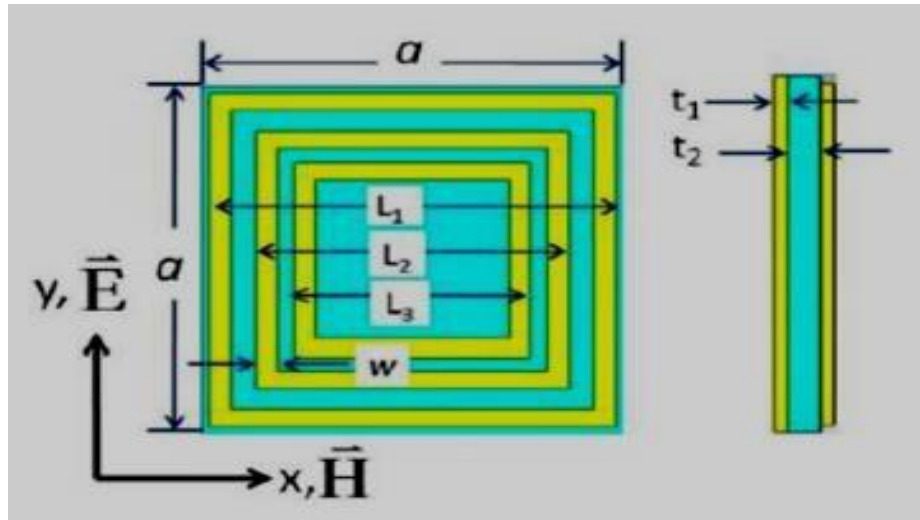


Figure I-7 La forme des métamatériaux [1]

#### IV.2. MAM large bande

Les absorbeurs large bande sont des matériaux qui absorbent sur une large bande de fréquences. Ces absorbeurs sont généralement épais (effet de peau). Pour élargir la bande d'absorption d'un matériau, il faut réaliser un gradient d'impédance. La face avant de l'absorbeur doit avoir une impédance adaptée à celle de l'air ( $377 \Omega$ ), ensuite l'impédance diminue progressivement en épaisseur jusqu'à atteindre la couche arrière ou un conducteur parfait ( $0 \Omega$ ) est placé. Le gradient d'impédance est réalisé par changement de la forme, ou bien en empilant de multiples couches de matériaux. En conséquence les ondes électromagnétiques sont progressivement absorbées dans l'épaisseur du matériau.

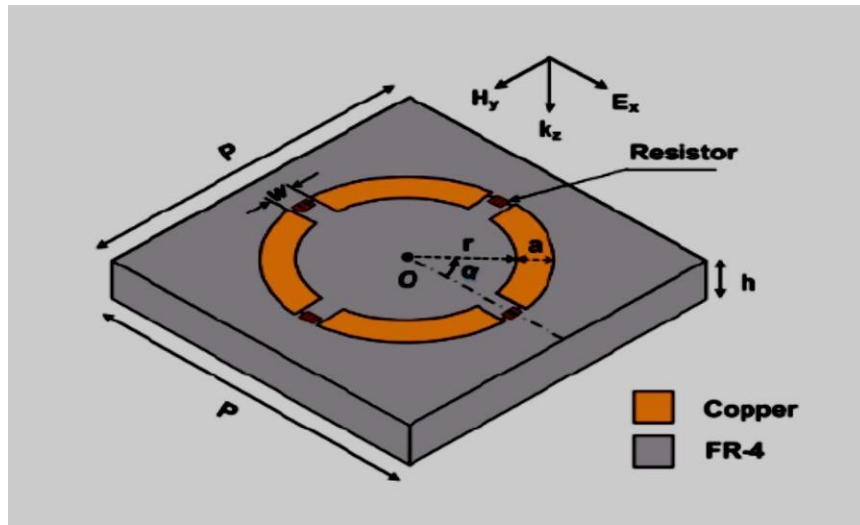


Figure I-8 Adaptation d'impédance appliquant (a) une transition géométrique utilisant la forme pyramidale et (b) une configuration multicouche [1]

Différentes solutions existent également pour élargir la bande d'absorption des métamatériaux par :

- Combinaison de plusieurs structures résonnantes de différentes tailles ou formes,
- Empilement de plusieurs couches métalliques/ diélectriques sous forme de pyramide ou cylindre,

- Association d'éléments localisés (telle qu'une résistance) dans un résonateur métamatériaux.



*Figure I-9 Conception d'un résonateur à éléments localisés.[1]*

Une seconde classification des MAM en fonction de leur composition, permet de types d'absorbeurs suivants :

### IV.3. MAM basés sur les pertes magnétiques

Les absorbeurs basés sur les pertes magnétiques des matériaux sont composés généralement de poudre métallique ou de ferrite chargée dans une matrice. L'inconvénient majeur de ce type d'absorbeurs est leur densité importante due à la masse des atomes métalliques. En exemples :

- Une matrice en Caoutchouc renforcée par 65vol.% de particules de Fer,
- Polymères renforcés par de la ferrite (oxydes de Fer/ Nickel/Cobalt),
- Matrice diélectrique à laquelle on ajoute des particules de Fer Carbonyle ( $\text{Fe}(\text{Co}_5)$ )

### IV.4. MAM basés sur les pertes diélectriques

Les absorbeurs basés sur les pertes diélectriques sont des matériaux composés soit de polymères conducteurs (Polyaniline/ Polypynole), soit de matrices diélectriques (résines, plastiques, mousses) renforcées d'inclusions diélectriques ou conductrices (particules métalliques, fibres de Carbone, Nanotubes, Graphène). Les absorbeurs à pertes diélectriques sont à faibles densités comparés aux absorbeurs à pertes magnétiques parce que le pourcentage des inclusions est faible.

### IV. 5. MAM basés sur les pertes diélectriques et magnétiques

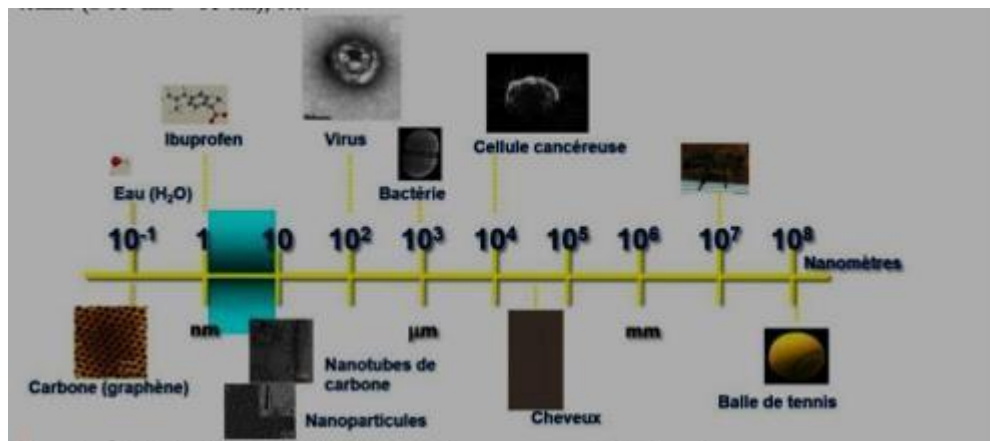
Pour améliorer les performances d'absorption micro- ondes on combine également des

## Chapitre I : Matériaux d'absorption micro- ondes (MAM)

matériaux à pertes diélectriques et à pertes magnétiques. Cette combinaison est efficace lorsque les propriétés diélectriques et magnétiques sont très proches. On cite en exemple de ces matériaux le tri-composite : Oxyde (Cu-Co-Ni)- Polyaniline- Oxyde (Graphene).

### V. MAM à l'Echelle Nanométrique

Les Nanosciences sont des disciplines scientifiques dédiées à l'examen et à la compréhension des caractéristiques de la matière au niveau atomique et moléculaire. L'assemblage, la caractérisation et la manipulation de ces éléments relèvent du domaine des nanotechnologies. Les nanomatériaux constituent la base de cette nouvelle technologie et trouvent de multiples applications dans plusieurs domaines tels que la santé, l'électronique, l'environnement, le transport et les produits de consommation et de soins. Les nanomatériaux sont des objets dont la taille est comprise entre 1 et 100 *nm*. Leur faible taille confère à une mine de nouvelles propriétés



**Figure I-10** Echelle de taille en nanomètres comparant les nanostructures à des objets plus communs [18]

#### V.1. Définition

Les MAM peuvent être une combinaison de différents matériaux. Les nano MAM (nano absorbeurs) comportent des matériaux à l'échelle nanométriques pour améliorer les performances d'absorption micro- ondes. On distingue les combinaisons suivantes :

- Nano MAM à base de Carbone (nanotubes de Carbone, Graphène),
- Nano MAM à base de nanoparticules métalliques,
- Nano MAM composites qui sont des matériaux composites intégrant des nanoparticules dans des matrices polymères.

#### V.2. Nano composites

Un composite est une combinaison de deux matériaux ou plus de différentes natures dans

le but d'associer leurs meilleures propriétés. Le produit final obtenu doit réunir un ensemble de performances supérieures à celles de chaque matériau individuel.

Le terme nanocomposite est communément utilisé pour décrire une large gamme de matériaux dont un constituant (phase) est à l'échelle nanométrique. Le constituant qui est généralement présent en grande quantité est appelé matrice. Le constituant qui est intégré (dispersé) dans la matrice est appelé renfort. Les renforts sont généralement nanostructurés. On fabrique de nombreux nanocomposites à partir d'un polymère dans lequel sont dispersées des nanoparticules. L'intégration des nanoparticules dans une matrice polymère contribue à l'amélioration des caractéristiques mécaniques, thermiques, électriques ou magnétiques. Cela permet d'étendre leurs domaines d'application car les caractéristiques sont grandement influencées en fonction de la taille et de la structure microscopique de la phase dispersée. [2]

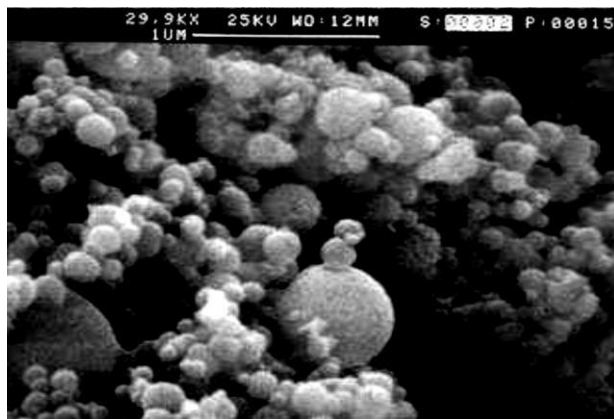
### V.3. Classification des nanocomposites

Selon le type de renforts nanostructurés, sont définies les catégories de nanocomposites suivantes :

- **Nanocomposites de dimension 0 :**

Dans les nanocomposites de dimension 0 les renforts sont des nanoparticules (taille inférieure à 100 nm) dispersés sous forme aléatoire ou organisée. Les nanoparticules peuvent être :

- Organiques (provenant de matière vivante : plantes ou animaux)
- Inorganiques (substances ne provenant pas de matière vivante tels que les minéraux et les métaux).



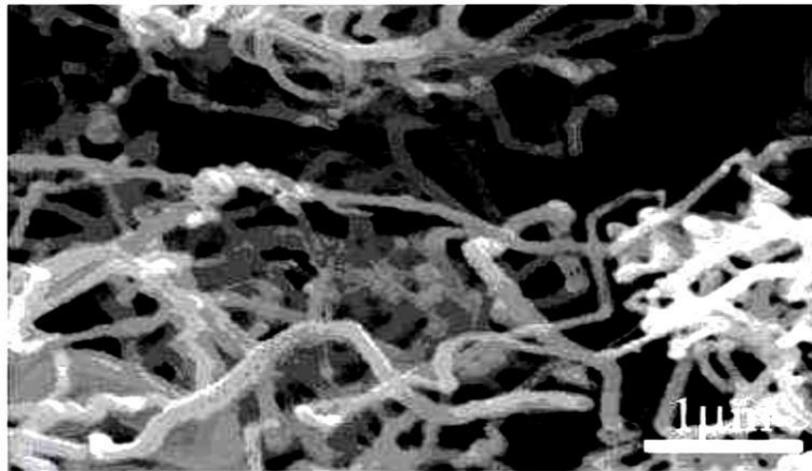
*Figure I-11 Micrographe de nanoparticules d'Aluminium.*

- **Nanocomposites de dimension 1**

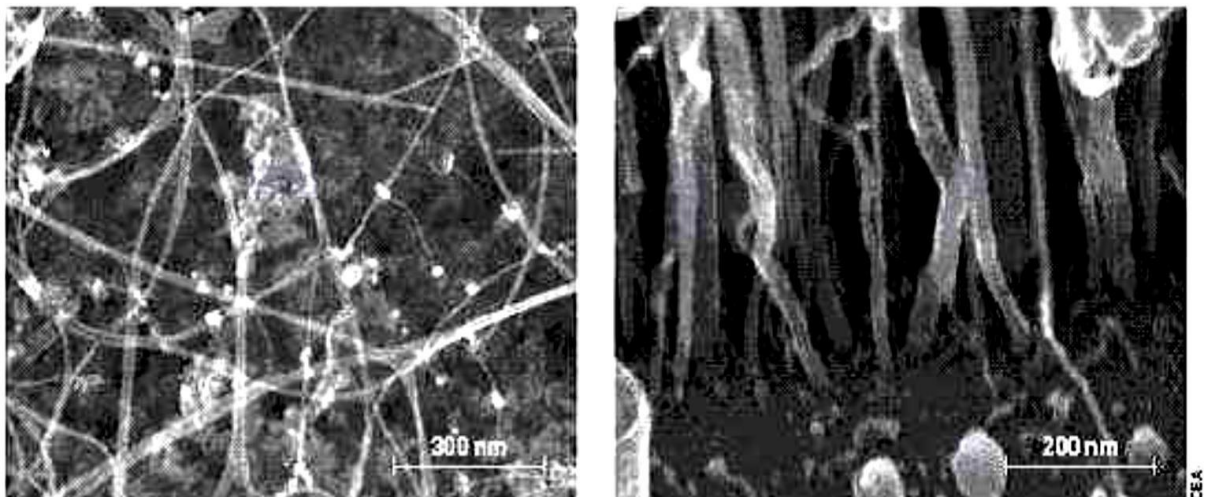
Les renforts sont des nanotubes ou des nanofils. Le terme nanofils est utilisé pour décrire des nano- objets longilignes de dimensions de quelques dizaines de



nanomètres en section et de 500 - 10000  $nm$  en longueur. Les nanofils peuvent être utilisés pour la transmission des signaux électriques, optiques et même chimiques. Les nanotubes de Carbone sont constitués d'un ou plusieurs tubes concentriques formés d'atomes de Carbone disposés en réseau hexagonal ainsi que de deux demi-molécules de fullerène à chaque extrémité. Les nanotubes peuvent avoir une longueur de plus de 5  $\mu m$  pour un diamètre de 0.7 - 1.5  $nm$  (nanotubes simples) ou de 2 – 50  $nm$  (nanotubes multiples). Les nanotubes possèdent des propriétés intéressantes en termes de flexibilité, résistance, légèreté, conduction d'électricité et sont naturellement acceptés par le corps humain.



*Figure I-12 Micrographe de nanofils de ZnO[21].*

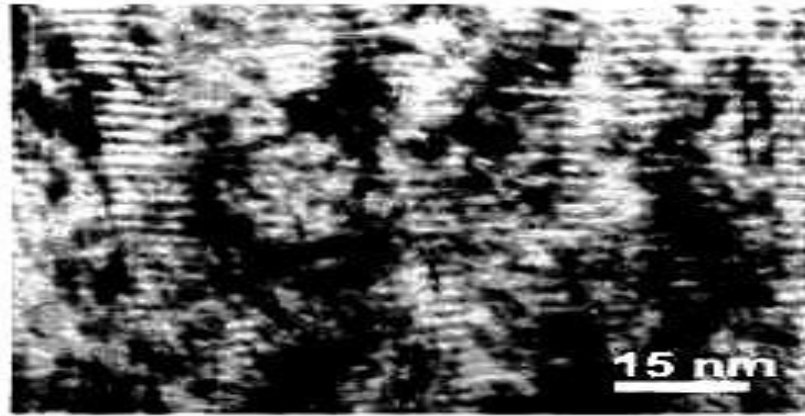


*Figure I-13 Micrographe de nanotubes de Carbone sur un support de Silicium*

- **Nanotubes de dimension 2**

Dans cette catégorie, les renforts sont sous forme de nano- couches élémentaires ou bien multicouches.





*Figure I-14 Micrographie de nano- couches de CuCr.*

En ce qui concerne la matrice dans laquelle sont dispersés les renforts, il existe des matrices organiques et des matrices inorganiques. Ceci permet de définir quatre catégories de nanocomposites (matrice/ renforts) :

- *Organique/ Inorganique (O/I) nanocomposites.*
- *Organique/ Organique (O/O) nanocomposites.*
- *Inorganique/ Organique (I/O) nanocomposites.*
- *Inorganique/ Inorganique (I/I) nanocomposites.*

### **VI. Préparation des nanocomposites**

- Différentes méthodes sont impliquées dans la préparation des nanocomposites, on cite parmi ces méthodes :
- Méthode sol- gel pour réaliser des films de haute qualité,
- Méthode de pulvérisation à froid (faibles températures),
- Méthode de pulvérisation thermique recommandée pour les matrices métalliques,
- Méthode de polymérisation utilisée pour les matrices organiques,
- Electrodeposition adoptée lorsque les renforts sont organiques ou bien les matrices sont inorganiques,
- Dispersion en solution appliquée principalement pour la préparation de nanocomposites polymères renforcés par des oxides de métaux nanostructurés.[3]

### **VII. Synthèse de renforts nanostructurés**

Il existe une grande diversité dans les méthodes de production des nanomatériaux. Une première classification des méthodes de synthèse de renforts nanostructurés est la suivante :

- **L'approche ascendante (de bas en haut) :**

Cette approche provient des laboratoires de recherche en nanosciences. Elle

consiste à construire les nano-objets et les nanomatériaux atome par atome, molécule par molécule ou agrégat par agrégat. L'assemblage ou le positionnement des atomes, des molécules ou des agrégats s'effectue de façon précise, contrôlée et exponentielle, permettant ainsi l'élaboration de matériaux fonctionnels dont la structure est complètement maîtrisée. L'approche ascendante favorise la création d'une plus grande variété d'architectures et, fréquemment, un meilleur contrôle de l'état à l'échelle nanométrique (tailles et distribution granulométrique, placement des molécules, uniformité des produits).

- **L'approche descendante (de haut en bas)**

Elle est issue de la microélectronique qui consiste à réduire (miniaturiser) les systèmes actuels en optimisant les technologies industrielles existantes. Dans la méthode descendante une vaste structure est progressivement réduite en taille jusqu'à obtenir des dimensions nanométriques par suite de l'application de contraintes mécaniques rigoureuses, de chocs intenses et de déformations importantes. L'un des avantages de la méthode descendante est une capacité de production plus volumineuse mais avec un contrôle de l'état nanométrique plus délicat. Les deux approches tendent à converger en termes de gamme de tailles des objets. De nombreuses techniques en découlent de ces deux approches, ces techniques peuvent être chimiques, physiques et mécaniques.

- **Méthodes Physiques :**

Dans la catégorie des méthodes physiques, l'élaboration des nanoparticules (amas) peut être réalisé par :

- Une phase vapeur extraite d'un matériau source par chauffage (fusion en creuset ou sans creuset) ou par bombardement (faisceau d'électrons ou pyrolyse Laser),
- Action des micro-ondes sur des poudres de taille millimétrique,
- Ablation Laser, décharge plasma ou décomposition catalytique (nanotubes).
- Dépôts physiques en phase vapeur (couches minces d'épaisseur nanométrique).

- **Méthodes Chimiques :**

Parmi les techniques de production de nanomatériaux par voie chimique couramment utilisées nous avons :

- Les réactions en phase vapeur (quantum de semi-conducteurs, céramiques nanostructurés, les nanotubes de Carbone et le diamant).
- Les techniques sol-gel.

- **Méthodes Mécaniques**

Dans la voie mécanique, on trouve :

- La technique de broyage à billes,
- La technique de torsion sous forte pression,
- La technique du tube coudé. [4]

### **VIII. Application des MAM en Aéronautique**

Les MAM ont une vaste gamme d'applications stratégiques et industrielles dans le domaine aéronautique. Ils jouent un rôle crucial dans la sécurité et la performance des avions modernes en réduisant leur signature RADAR, en minimisant les interférences électromagnétiques et en les protégeant contre les impulsions électromagnétiques.

- **Réduction de la signature RADAR**

Les absorbeurs sont souvent appelés RAM, ils absorbent les ondes RADAR, empêchent leur réflexion rendant un avion, un véhicule militaire ou bien un drone moins visible. Ces absorbeurs sont souvent à base de matériaux magnétiques. On applique sur le fuselage un revêtement à base de composites carbone–ferrite. Ces matériaux absorbent une large bande de fréquences radar (typiquement 8–18 GHz) et convertissent l'énergie incidente en chaleur, évitant ainsi la réflexion. Une épaisseur de l'ordre de 2 mm suffit souvent pour atteindre une réflexion minimale de –35 dB autour de 12 GHz, ce qui correspond à plus de 99,97 % de l'énergie absorbée. [5]

- **Minimisation des interférences**

Les absorbeurs réduisent les interférences électromagnétiques entre les différents systèmes de communication et de navigation de l'avion. Ils minimisent aussi des interférences inter-antenne ou dans les environnements à forte densité électronique et assurent la protection des circuits électroniques sensibles (blindage électromagnétique). On utilise des mousses légères en polyuréthane dopées par des nanotubes de carbone et des particules de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Ces mousses offrent une atténuation supérieure à 60 dB sur la bande 2 –18 GHz tout en restant flexibles et faciles à poser autour des câbles et boîtiers. Les radômes doivent laisser passer les ondes radar et communication tout en protégeant les antennes. On y intègre une couche interne de résine chargée en poudre de carbone ou en fibres conductrices. Cette couche réduit les pertes d'insertion à moins de 0,3 dB sur la bande 4 –12 GHz, tout en conservant la résistance mécanique et la durabilité exigées en aéronautique. Dans les réseaux à plusieurs antennes (RADAR, liaisons satellites), les lobes secondaires peuvent se chevaucher et créer des

interférences. Des méta-surfaces constituées d'anneaux fendus en alliage NiFe sont positionnées entre les antennes pour absorber les ondes parasites. Elles améliorent l'isolation inter-antenne de plus de 25 dB dans la bande 10 –12 GHz, augmentant ainsi la précision du faisceau principal.

- **Protection contre les impulsions électromagnétiques**

Les absorbeurs contribuent à atténuer les effets d'une impulsion électromagnétique qui pourrait endommager les équipements électroniques. Lorsqu'un aéronef est frappé par la foudre ou traverse un nuage de plasma (orage ou réentrée atmosphérique) des impulsions micro –ondes à large bande peuvent se générer. On applique sur les structures composites une peinture céramique absorbante, souvent à base de  $\text{ZnO-Fe}_2\text{O}_3$ . Cette couche atténue les ondes de 1 à 4 GHz d'au moins 20 dB et résiste à plusieurs décharges de courant de 10 kA sans dégradation.

### **Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons introduit le concept des absorbeurs micro- ondes. Les mécanismes de l'absorption et les types d'absorbeurs ont été définis. Un intérêt particulier a été consacré aux absorbeurs à l'échelle nanométrique (nano- absorbeurs) et les matériaux impliqués. En fin nous avons terminé par un aperçu sur les applications des MAM en Aéronautique.

# **II. Chapitre II : Caractérisation des propriétés électromagnétiques**

### Introduction

Actuellement, la connaissance des caractéristiques électromagnétiques des matériaux est cruciale pour l'évolution de diverses technologies, en particulier dans les secteurs de l'aéronautique, des télécommunications et de l'électronique intégrée. Ces caractéristiques, sont cruciales pour anticiper et réguler le comportement d'un matériau exposé à un champ électromagnétique.

Ce chapitre se focalise sur la théorie et les techniques de la caractérisation des matériaux absorbeurs. On commence par une définition globale des paramètres électromagnétiques et les phénomènes physiques qui les gouvernent, suivie d'un aperçu sur les techniques expérimentales disponibles pour la caractérisation de ces paramètres. Une partie importante du chapitre sera consacrée la méthode de transmission/ réflexion couramment employée dans les fréquences élevées ainsi que la méthode itérative de conversion mise au point par le NIST (Institut national des normes et de la technologie) qui offre la possibilité d'obtenir la permittivité et la perméabilité des matériaux sur une large bande à partir de la mesure de la matrice de dispersion  $S$  par analyseur de réseaux vectoriel (VNA).

### I. Propriétés Electromagnétiques :

Les interactions à l'échelle macroscopique entre un milieu matériel et une onde électromagnétique sont généralement décrites par les équations de Maxwell :

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

$$\nabla \times \vec{H} = \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad (2)$$

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

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

Avec les relations constitutives :

$$\vec{B} = \mu = (\mu' - j\mu'') \quad (5)$$

$$\vec{D} = \varepsilon = (\varepsilon' - j\varepsilon'') \quad (6)$$

$$J = \sigma E \quad (7)$$

Avec,  $\vec{E}$  est le champ électrique,  $\vec{H}$  est le champ magnétique,  $\vec{D}$  est le déplacement électrique,  $\vec{B}$  est la densité du flux magnétique,  $\rho$  est la densité de charge,  $J$  est la densité du courant électrique,  $\varepsilon$  est la permittivité complexe du milieu matériel,  $\mu$  est la perméabilité complexe du

## Chapitre II: Caractérisation des propriétés électromagnétiques

milieu et  $\sigma$  est la conductivité du milieu. Ceci indique que la réponse d'un milieu matériel à un champ électromagnétique est déterminée essentiellement par les trois paramètres constitutifs  $\epsilon$ ,  $\mu$  et  $\sigma$ .

### I.1. Permittivité Diélectrique

Un matériau est diélectrique s'il ne contient pas de charges électriques susceptibles de se déplacer de façon macroscopique. Autrement dit, c'est un milieu qui ne peut pas conduire le courant électrique. À ce titre, on l'appelle parfois isolant électrique, on compte parmi ces milieux : le vide, le verre et de nombreux plastiques. Malgré l'impossibilité des matériaux diélectriques de conduire le courant, ils présentent de nombreuses caractéristiques électriques. En effet les atomes qui constituent le matériau peuvent présenter des dipôles électrostatiques qui sont susceptibles d'interagir avec un champ électrique.

La permittivité diélectrique est une propriété physique qui décrit la réponse d'un milieu matériel à un champ électrique appliqué. C'est une grandeur macroscopique, essentielle de l'électrostatique, ainsi que de l'électrodynamique des milieux continus. Elle intervient dans de nombreux domaines, notamment dans l'étude de la propagation des ondes électromagnétiques, et en particulier la lumière visible et les ondes utilisées en radiodiffusion. En électromagnétisme, le champ d'induction électrique représente la façon dont le champ électrique influe sur l'organisation des charges électriques dans un matériau donné, notamment le déplacement des charges  $D^{\rightarrow}$  et la réorientation des dipôles électriques.

Pour un milieu diélectrique, un champ électrique  $\vec{E}$  appliqué donne naissance à une polarisation des atomes ou molécules du matériau, ce qui crée des moments de dipôles électriques et renforce (augmente) le flux total de déplacement  $\vec{D}$  :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P}_e \quad (8)$$

$\vec{P}_e$  Est un vecteur de polarisation électrique additionnelle. Dans un milieu linéaire, la polarisation électrique est reliée au champ électrique appliqué par :

$$\vec{P}_e = \epsilon_0 \chi_e \vec{E} \quad (9)$$

La grandeur  $\chi_e$  est appelée susceptibilité électrique, elle peut être complexe. Ce qui donne :

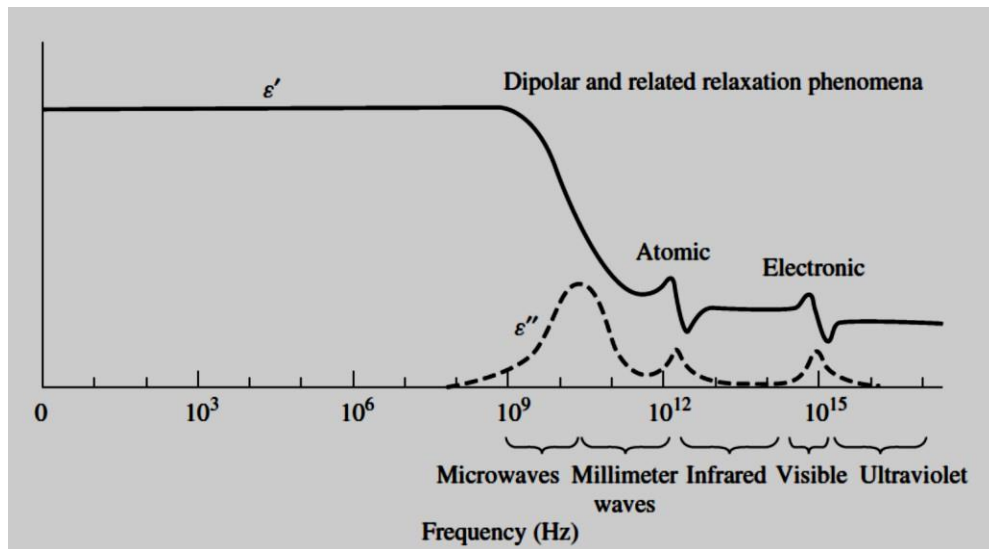
$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \epsilon_0 \chi_e \vec{E} = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \vec{E} = \epsilon \vec{E} \quad (10)$$

Avec :

$$\epsilon = \epsilon' - j\epsilon'' = \epsilon_0 (1 + \chi_e) = \epsilon_0 \epsilon_r \quad (11)$$

## Chapitre II: Caractérisation des propriétés électromagnétiques

$\epsilon$  Est la permittivité complexe du milieu matériel. La partie réelle  $\epsilon'$  exprime la capacité de stockage de l'énergie électrique dans le milieu matériel. La partie imaginaire  $\epsilon''$  tient compte des pertes dans le milieu matériel qui sont causés par l'amortissement des moments des dipôles électriques vibrants. Un milieu matériel possédant une permittivité réelle est un milieu sans pertes. La Figure 2.1 montre un comportement typique de la permittivité en fonction de la fréquence.[6]

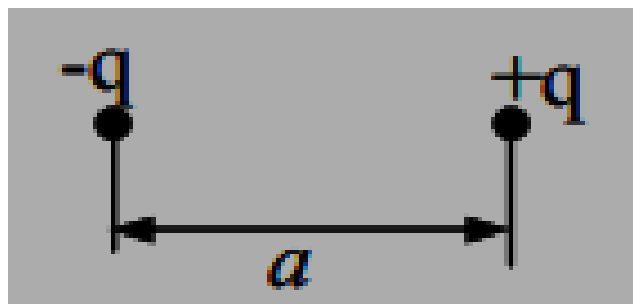


**Figure II-1** Variation de la permittivité diélectrique en fonction de la fréquence Pour un diélectrique hypothétique (idéal : à conductivité nulle) [6].

La permittivité d'un matériau est liée à une variété de phénomènes physiques. La conduction ionique, la relaxation dipolaire, la polarisation atomique et la polarisation électronique sont les principaux mécanismes qui contribuent à la permittivité d'un matériau.

### I.2. Types de Polarisation

Un dipôle est formé de deux charges égales et de signes opposés. La valeur du moment électrique d'un dipôle est  $P_0 = qa$ , où  $q$  est la charge positive (ou la valeur absolue de la charge négative) et  $a$  la longueur du dipôle. En conséquence, pour les molécules où  $a = 0$ , le moment dipolaire est nul [7].



La propriété la plus importante d'un diélectrique est la polarisation sous l'action d'un



## Chapitre II: Caractérisation des propriétés électromagnétiques

champ électrique externe. A l'échelle atomique, en l'absence d'un champ électrique, le moment électrique est nul car la somme algébrique des charges dans toutes les molécules dans un volume donné est nulle, du fait que les centres de gravité des charges positives et négatives coïncident. Lors de l'application d'un champ électrique, les centres de gravité ne coïncident plus et les particules (atomes et molécules) sont alignées suivant la direction de  $E$  et acquièrent un moment  $P_0$ .

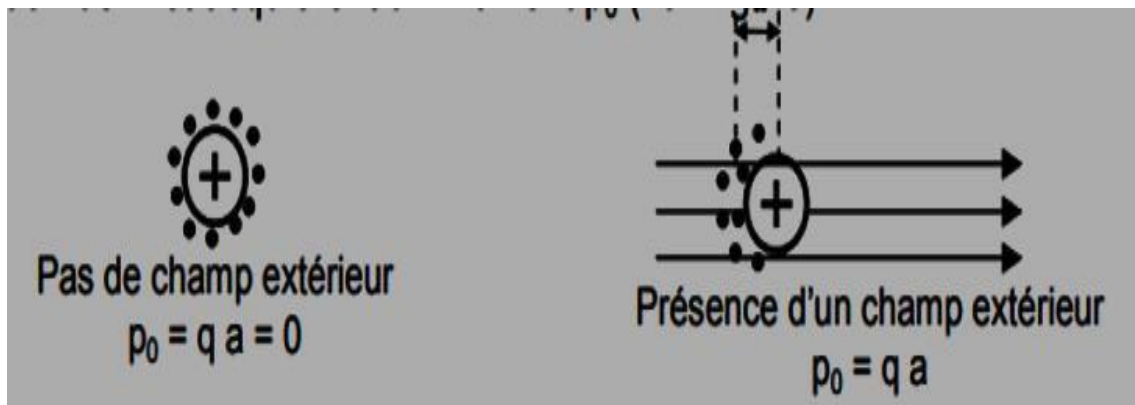


Figure II-2 polarisation électronique.[19]

Malgré leurs origines différentes, plusieurs types de polarisation peuvent être décrits dans la gamme des micro-ondes de manière similaire

### Polarisation électronique :

Elle est due au déplacement du nuage d'électrons par rapport au noyau positif, sous l'action d'un champ  $E$ . dans ce cas, la polarisation se produit rapidement durant un bref moment (de l'ordre de  $10^{-15}$  s) dans les atomes et les ions.

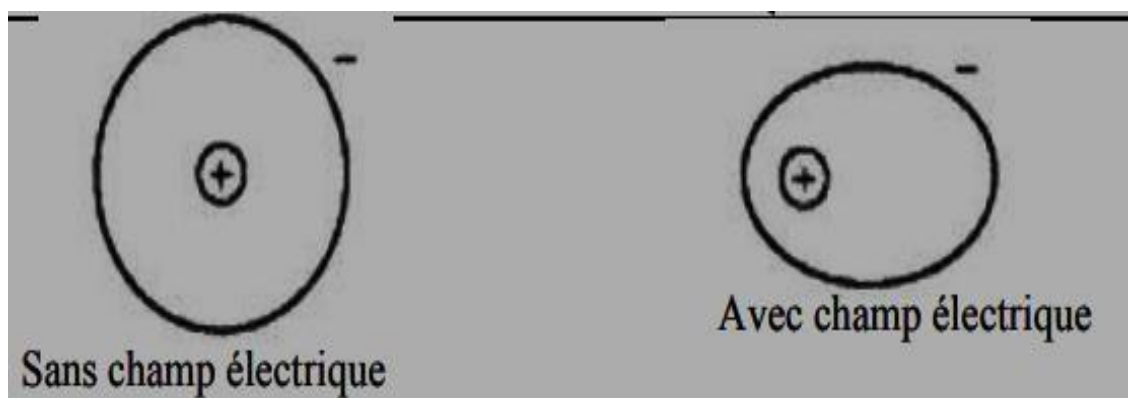


Figure II-3 déplacements du nuage d'électrons par rapport au noyau positif [19]

### Polarisation ionique :

La polarisation ionique est due au déplacement mutuel des ions formant ainsi une molécule asymétrique. Le temps requis pour ce déplacement, afin d'assurer la polarisation est de l'ordre de  $10^{-12}$  à  $10^{-13}$  s.



Figure II-4 déplacement mutuel des ions [19]

### Polarisation macroscopique :

Est due à des déplacements de charges dans l'ensemble du matériau.

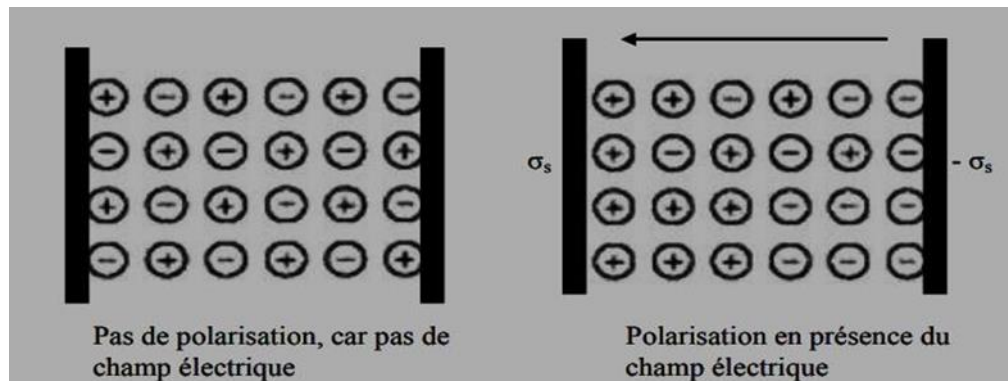


Figure II-5 Polarisation macroscopique [19]

### Polarisation dipolaire (d'orientation) :

Elle est spécifique aux diélectriques polaires, les dipôles s'orientent suivant la direction du champ électrique appliqué. En l'absence de champ, les dipôles sont orientés de façon désordonnée, de telle façon que la polarisation globale est pratiquement nulle. Pour cette raison, la polarisation d'orientation est influencée et liée avec l'agitation thermique des molécules, la température exerce un effet appréciable sur ce type de polarisation. La polarisation d'orientation peut exister seulement dans les gaz, les liquides et les matières amorphes visqueuses. Dans les matières solides, les dipôles sont figés et ne peuvent être orientés.

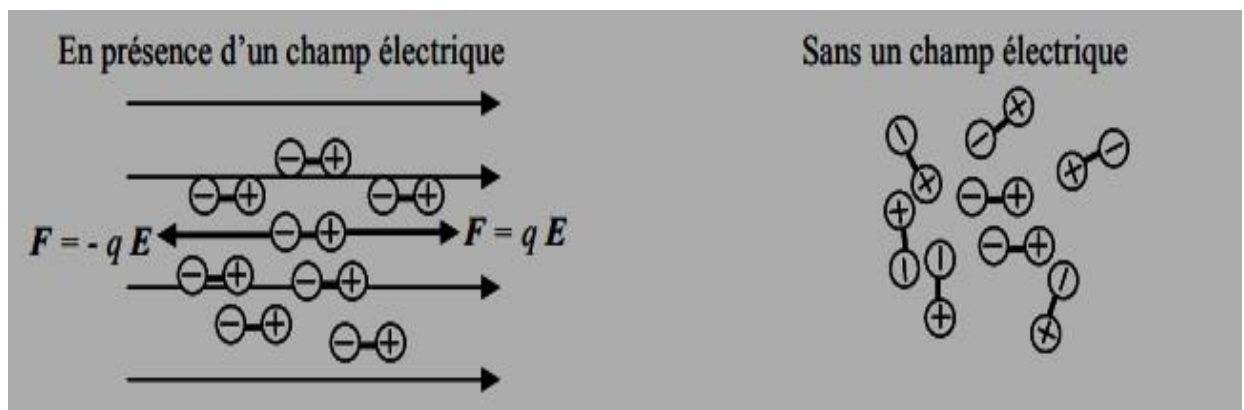


Figure II-6 l'effet de la polarisation dipolaire [19]

## Chapitre II: Caractérisation des propriétés électromagnétiques

Tous les types de polarisation provoquent des pertes diélectriques sous forme de chaleur pour donner suite aux frottements. En tension alternative les pertes sont beaucoup plus grandes qu'en tension continue.

### I.3. Perméabilité Magnétique

Pour un milieu matériel magnétique, le champ magnétique appliqué peut aligner les moments de dipôles magnétiques et produire une polarisation magnétique (ou magnétisation)

$$\vec{P}_m :$$

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{p}_m) \quad (12)$$

Pour un milieu magnétique linéaire :

$$\vec{p}_m = \chi_m \vec{H} \quad (13)$$

$\chi_m$  Est appelée susceptibilité magnétique complexe, ceci donne :

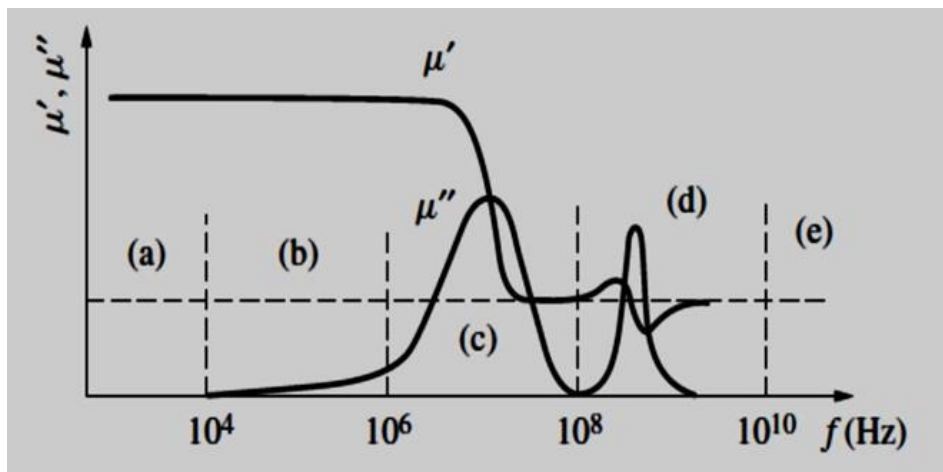
$$\vec{B} = \mu_0(1 + \chi_m) = \mu' - j\mu'' \quad (14)$$

Ou :

$$\mu = \mu_0 \mu_r = \mu_0(1 + \chi_m) = \mu' - j\mu'' \quad (15)$$

La partie réelle  $\mu'$  exprime la capacité de stockage de l'énergie magnétique dans le milieu matériel. La partie imaginaire tient compte également des pertes dues aux forces d'amortissement.

La perméabilité magnétique est donc 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. [6]



**Figure II-7** Variation de la perméabilité diélectrique en fonction de la fréquence Pour un matériau ferromagnétique hypothétique (aimantation maximale).

## Chapitre II: Caractérisation des propriétés électromagnétiques

---

La Figure 2.7 montre un spectre de la perméabilité d'un matériau magnétique. Aux fréquences faibles ( $f < 10^4$  Hz),  $\mu'$  et  $\mu''$  presque ne varient pas avec la fréquence. Dans une gamme intermédiaire ( $10^4 < f < 10^8$  Hz)  $\mu'$  décroît considérablement tandis que  $\mu''$  augmente. Dans la gamme des micro-ondes ( $10^8 < f < 10^{10}$  Hz) des résonnances ferromagnétiques se produisent souvent.

### II. Méthodes de Caractérisation Electromagnétique

La théorie et les techniques de caractérisation des propriétés électromagnétiques des matériaux sont catégorisées en méthodes non- résonnantes et méthodes résonnantes. Les méthodes non- résonnantes sont souvent utilisées pour acquérir une connaissance générale des propriétés électromagnétiques des matériaux dans une gamme de fréquences. Les méthodes résonnantes offrent une connaissance précise des propriétés diélectriques à une seule ou à différentes fréquences discrètes. Les deux catégories de méthodes sont généralement combinées pour atteindre une connaissance précise des propriétés des matériaux dans une gamme de fréquences.

#### II.1. Méthodes non- résonnantes

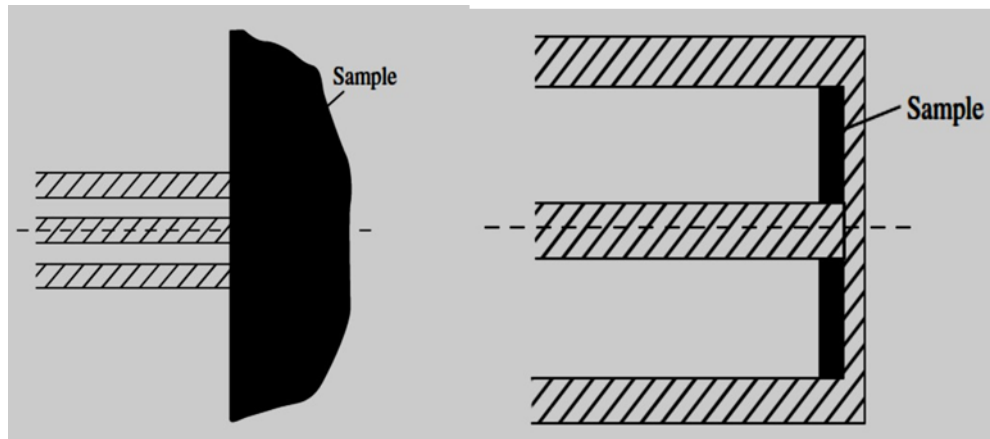
Dans les méthodes non- résonnantes, les propriétés électromagnétiques des matériaux sont principalement déduites de l'impédance et de la vitesse de l'onde dans le milieu matériel. Lorsqu'une onde électromagnétique se propage d'un milieu matériel à un autre (ou d'un espace vide à un échantillon de matériaux) les grandeurs d'impédance d'onde et de vitesse de propagation changent et résultent en une réflexion partielle de l'onde électromagnétique au niveau de l'interface séparant les deux milieux. Les mesure de réflexion à partir de l'interface et de transmission à travers l'interface permettent de déduire les relations de la permittivité et de la perméabilité des deux milieux. Les méthodes non- résonnantes nécessitent des moyens pour guider (diriger) l'énergie électromagnétique vers le matériau et collecter l'énergie réfléchie du matériau et l'énergie transmise à travers le matériau. Tous les types de lignes de transmission tels que les lignes coaxiales, les guides d'ondes métalliques, les lignes de transmission planaires et même l'espace libre répondent à cette exigence. Les méthodes non résonnantes incluent :

- **Méthodes de réflexion :**

Pour ces méthodes, les calculs sont établis à partir du coefficient de réflexion, elles incluent :

- La méthode à réflexion ouverte,
- La méthode à réflexion court- circuitée.

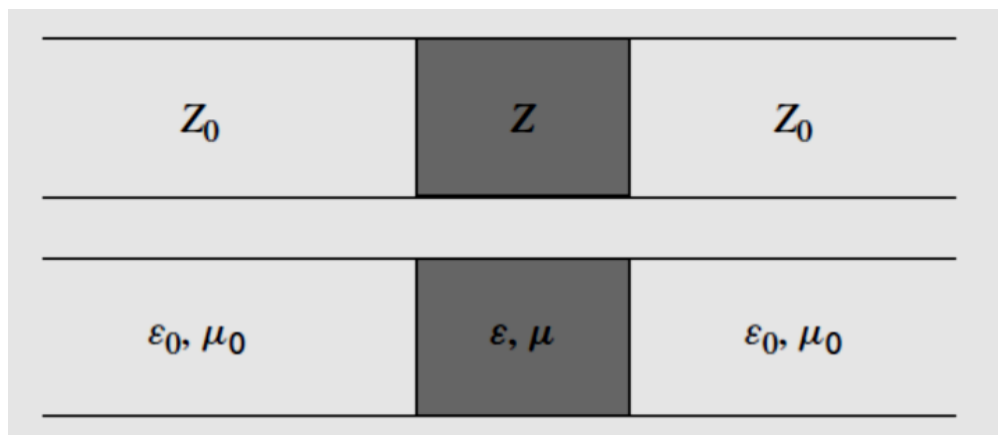
Les lignes coaxiales sont souvent utilisées dans les méthodes de réflexion



**Figure II-8** Méthodes à réflexion, (a) : à réflexion ouverte, (b) : à réflexion court-circuitée

- **Méthode de transmission/ réflexion**

Ces méthodes établissent leurs calculs à partir des coefficients de réflexion et de transmission. Cette méthode est largement utilisée dans la mesure de la permittivité et la perméabilité de matériaux à faible conductivité. La Figure 2.9 montre la configuration de cette méthode : l'échantillon de matériau est inséré (chargé) dans une cellule (tronçon) de ligne de transmission. La cellule chargée possède une impédance caractéristique différente de celle de la ligne de transmission vide. Cette différence induit des propriétés de réflexion et de transmission différentes aux interfaces. La permittivité et la perméabilité sont dérivées des coefficients de réflexion et de transmission de la cellule chargée.



**Figure II-9** Méthode de transmission réflexion à ligne coaxiale

### II.2. Méthodes résonnantes

Les méthodes résonnantes possèdent une précision et une sensibilité supérieures aux méthodes non- résonnantes et sont de ce fait recommandées pour les matériaux à faibles pertes.

## Chapitre II: Caractérisation des propriétés électromagnétiques

Ces méthodes sont fondées sur le fait que la fréquence de résonance et le facteur de qualité d'un résonateur diélectrique de dimensions données sont déterminées par sa permittivité et sa perméabilité.

### III. Méthode de Transmission/ Réflexion (T/R)

#### III.1. Principe

La méthode de ligne de Transmission/ Réflexion consiste à positionner un échantillon dans un tronçon de ligne de transmission (guide d'ondes dans notre cas) et mesurer la matrice de dispersion  $S$  complexe via un analyseur de réseau vectoriel (VNA). Il est nécessaire d'effectuer une calibration avant de procéder à la mesure.

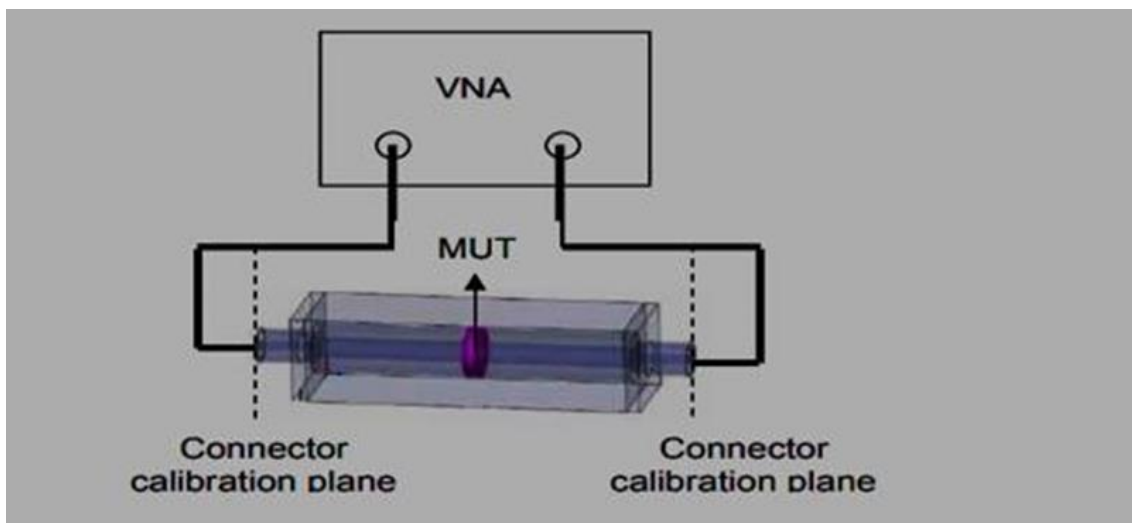


Figure II-10 mesure en utilisant la méthode TR avec un guide d'onde

On effectue ensuite un traitement postérieur sur les paramètres  $S$  mesurés pour déterminer les propriétés diélectriques complexes à l'aide d'un programme. Différentes méthodes de conversion sont disponibles pour déterminer les paramètres diélectriques à partir des paramètres  $S$  mesurés.

#### III.2. Guide d'ondes métallique rectangulaire :

Un guide d'ondes métallique est une structure propagatrice utilisée pour véhiculer des signaux micro-ondes de forte puissance sur de courtes distances avec des atténuations très faibles. C'est un tube métallique creux de section rectangulaire contenant à l'intérieur de l'air ambiant qui est un diélectrique qui dissipe très peu les ondes électromagnétiques. L'inconvénient majeur de cette ligne est la dispersion (distorsion des signaux) qui est due à son mode de propagation (TE ou TM) qui est différent de celui de l'espace libre (TEM : ondes planes). L'étude de la propagation dans un guide d'ondes s'effectue via la théorie des champs (résolution des équations de

## Chapitre II: Caractérisation des propriétés électromagnétiques

maxwell) en imposant les conditions aux limites des champs  $\vec{E} \rightarrow$  et  $\vec{H} \rightarrow$  sur les contours de la structure du guide d'ondes. Un guide d'ondes est caractérisé par :

- Sa constante de propagation  $\gamma = \alpha + j\beta$  (en présence des pertes).
- Sa constante d'atténuation ( $\alpha$  qui renseigne sur l'affaiblissement).
- Son impédance caractéristique ( $Z_0$  qui renseigne sur la liaison avec d'autres circuits).

La résolution des équations de maxwell pour un guide d'ondes devait exprimer ces paramètres.

La propagation dans un guide d'ondes est conditionnée par le comportement de la constante de propagation du guide d'ondes  $\gamma_g$  en fonction de la fréquence :

$$\gamma_g^2 = \gamma_c^2 - \omega^2 \mu \epsilon \quad (16)$$

Ceci permet de définir une fréquence particulière  $f = \frac{\omega_c}{2\pi}$  pour laquelle  $\gamma_g$  s'annule s'appelle fréquence de coupure du guide d'ondes. A cette fréquence, il n'y a pas de propagation dans le guide d'ondes. Au-dessus de la fréquence de coupure, il y'a propagation sans atténuation. Par résolution via la méthode de séparation des variables et tenant compte des conditions aux limites, on trouve :

$$f_{cmn} = \frac{1}{2\pi\sqrt{\mu\epsilon}} \sqrt{\left(\frac{m\pi}{a}\right)^2 + \left(\frac{n\pi}{b}\right)^2} = \frac{c}{2\sqrt{\mu_r\epsilon_r}} \sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2} \quad (17)$$

Si le guide d'ondes est rempli par de l'air alors :

$$f_{cmn} = \frac{c}{2} \sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2} \quad (18)$$

On définit pour un guide d'ondes le mode fondamental qui est le mode qui se propage en premier. Il est caractérisé par la fréquence de coupure la plus faible. Un guide d'ondes fonctionne en mode fondamental pour minimiser les distorsions. Pour le guide d'ondes rectangulaire (avec la condition  $a > 2b$  pour minimiser les pertes), le mode fondamental est le mode  $TE_{10}$ .

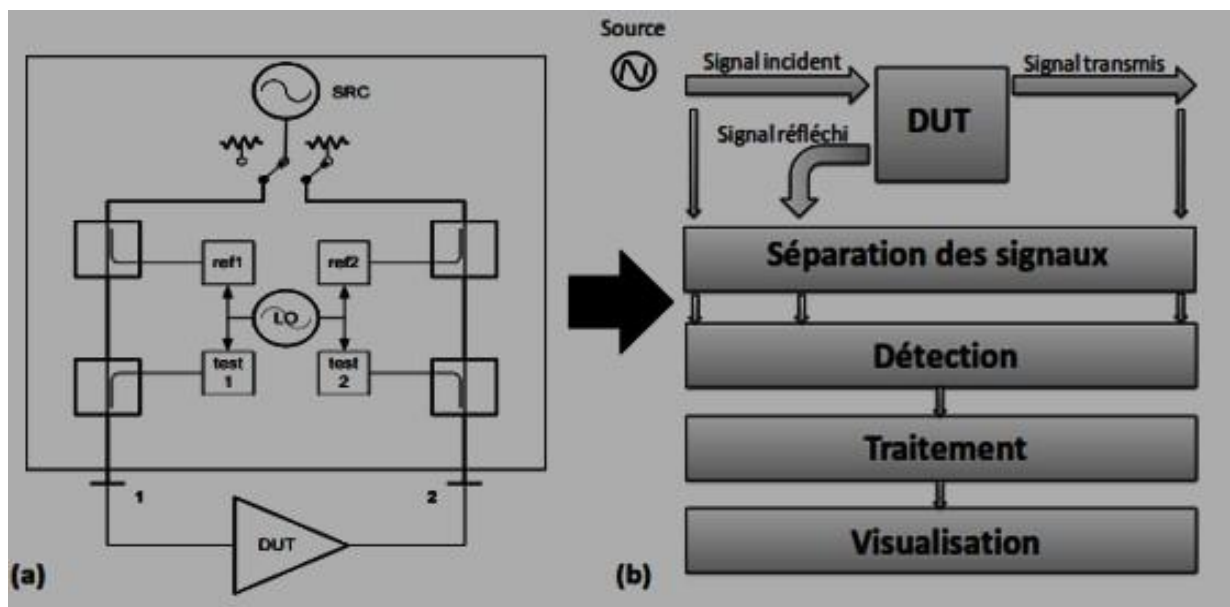
### III.3. Analyseur de réseaux vectoriel

Le principal appareil de mesures micro-ondes est l'analyseur de réseaux vectoriel (VNA). Il permet de déterminer les paramètres S en module et en phase d'un quadripôle ou d'un échantillon de matériaux. Le principe fondamental d'un analyseur de réseau vectoriel est de stimuler un dispositif sous test à un port par une onde et de mesurer les ondes se propageant,

## Chapitre II: Caractérisation des propriétés électromagnétiques

non seulement au port de stimulation, mais aussi à tous les ports du réseau. Les excitations successives imposées aux accès permettent de déterminer les termes de la matrice de répartition [S] en fonction de la fréquence.

Une architecture typique simplifiée du VNA est illustrée sur la Figure 2.11. Elle comprend deux ports de test. Chaque port de test contient des dispositifs de séparation de signal pour diviser les ondes incidentes et réfléchies. Si on prend le cas où le signal incident généré par la source (SRC) est injecté sur le port1, l'amplitude et la phase du signal injecté sont appréhendées au niveau du récepteur (ref1). Les récepteurs test 1 et test 2 détectent successivement le signal réfléchi et le signal transmis par le DUT. Par ailleurs, tous les récepteurs sont contrôlés par un oscillateur local [8].



**Figure II-11** schémas des blocs de l'analyseur de réseau, (b) schéma synoptique de l'analyseur de réseau.[8]

### III.4. Matrice de dispersion S

La mesure des paramètres S implique un circuit semblable à celui de la Figure 2.1, aux hautes fréquences on ne peut pas négliger l'effet des câbles (atténuation et déphasage) et donc l'équipement de mesure doit être correctement calibré.



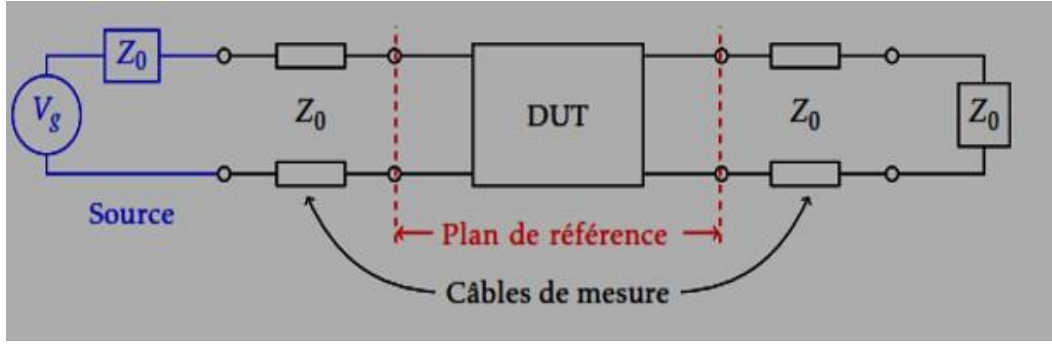


Figure II-12 mesures des paramètres S. [20]

Pour un échantillon de matériau d'épaisseur  $L$  il s'agit d'une mesure à deux ports. Les paramètres S sont obtenus en injectant une onde au port 1 (première face du matériau) et en mesurant l'onde réfléchie au même port, et l'onde qui transmise au port 2 (deuxième face du matériau). Les paramètres S relient les ondes qui sortent des ports aux ondes qui entrent.

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \end{bmatrix} \quad (19)$$

Par contre, les paramètres S varient selon la terminaison utilisée aux ports, et ils dépendent du plan de référence utilisé.

$$\begin{aligned} S_{11} &= \left. \frac{b_1}{a_1} \right|_{a_2=0} = \left. \frac{V_1^-}{V_1^+} \right|_{V_2^+=0} & S_{12} &= \left. \frac{b_1}{a_2} \right|_{a_1=0} = \left. \frac{V_1^-}{V_2^+} \right|_{V_1^+=0} \\ S_{21} &= \left. \frac{b_2}{a_1} \right|_{a_2=0} = \left. \frac{V_2^-}{V_1^+} \right|_{V_2^+=0} & S_{22} &= \left. \frac{b_2}{a_2} \right|_{a_1=0} = \left. \frac{V_2^-}{V_2^+} \right|_{V_1^+=0} \end{aligned} \quad (20)$$

Ou  $V_1^+$  est l'onde incidente et  $V_1^-$  est l'onde réfléchie. Pour avoir une onde incidente nulle lors de la mesure à un port, il faut que le port soit terminé par une charge adaptée. Généralement, le système de mesure est  $50 \Omega$  et donc il doit avoir une charge de  $50 \Omega$  aux ports.

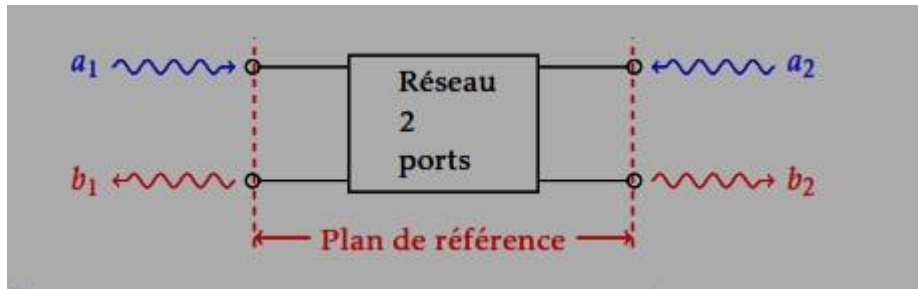


Figure II-13 circuits à 2 ports pour mesurer des paramètres S.[20]

### III.5. Méthode de Conversion itérative

La procédure de conversion proposée [9] débute des relations reliant les mesures  $S_{ij}$  de

## Chapitre II: Caractérisation des propriétés électromagnétiques

la matrice de dispersion  $S$  obtenue par analyseur de réseaux aux coefficients de réflexion  $\Gamma$  et de transmission  $T$  en considérant un échantillon de matériaux d'épaisseur  $L$  remplissant un segment d'une ligne de transmission Figure 2.14. En supposant les champs électriques  $E_I(t, x)$ ,  $E_{II}(t, x)$  et  $E_{III}(t, x)$  dans les régions  $I$ ,  $II$  et  $III$  respectivement, avec les régions  $I$ , et  $III$  représentant des sections vides du guide d'ondes et la région  $II$  représentant la section pleine du guide d'ondes et en supposant un champ électrique incident d'amplitude 1, on écrit :

$$E_I(t, x) = e^{j\omega t} e^{-\gamma_0 x} + C_1 e^{j\omega t} e^{-\gamma_0 x} \quad (21)$$

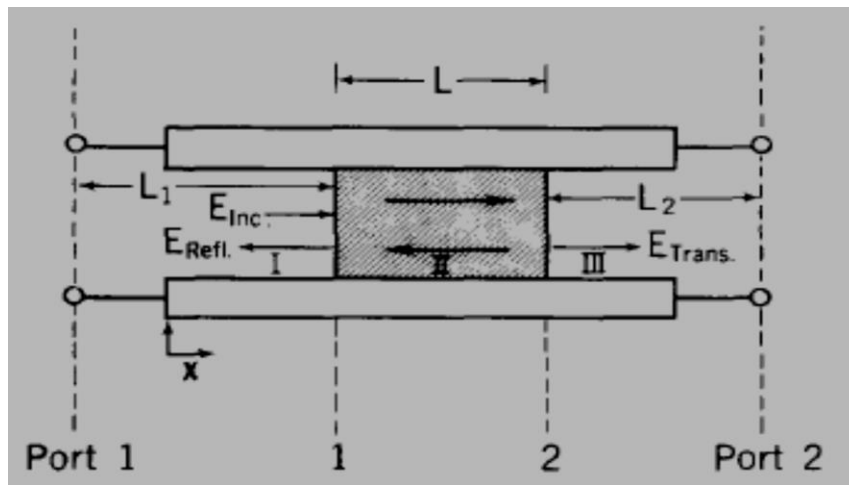
$$E_{II}(t, x) = C_2 e^{j\omega t} e^{-\gamma x} + C_3 e^{j\omega t} e^{-\gamma x} \quad (22)$$

$$E_{III}(t, x) = C_4 e^{j\omega t} e^{-\gamma_0 x} + C_5 e^{j\omega t} e^{-\gamma_0 x} \quad (23)$$

Avec :

$$\begin{aligned} \gamma &= j \sqrt{\left( \frac{\omega^2 \mu_r \varepsilon_r}{c^2} \right) - \left( \frac{2\pi}{\lambda_c} \right)^2} \\ \gamma_0 &= j \sqrt{\left( \frac{\omega}{c} \right)^2 - \left( \frac{2\pi}{\lambda_c} \right)^2} \\ \varepsilon &= \varepsilon_r \varepsilon_0, \quad \varepsilon_r = \varepsilon'_r - j\varepsilon''_r \\ \mu &= \mu_r \mu_0, \quad \mu_r = \mu'_r - j\mu''_r \end{aligned} \quad (24)$$

Les constantes  $C_i$  peuvent être déterminées en considérant les conditions aux limites (continuité des composantes tangentielles du champ électrique et du champ magnétique aux interfaces).



**Figure II-14** Echantillon de matériau diélectrique dans une ligne de transmission.

Pour un dispositif de mesure à deux ports supposé symétrique, les expressions explicites des paramètres  $S_{ij}$  de la matrice de dispersion s'écrivent :

$$\begin{aligned} S_{11} &= R_1^2 \left( \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) \\ S_{22} &= R_2^2 \left( \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) \\ S_{21} &= R_1 R_2 \left( \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) \end{aligned} \quad (25)$$

Avec,  $S_{11}$  est une mesure de réflexion à l'accès 1 de la cellule de mesure (réseaux hyperfréquences) qui représente un coefficient de réflexion lorsque l'accès 2 est connecté à une charge adaptée.  $S_{22}$  Est une mesure de réflexion à l'accès 2 de la cellule de mesure (réseaux hyperfréquences) qui représente un coefficient de réflexion lorsque l'accès 1 est connecté à une charge adaptée.  $S_{21}$  Est une mesure de réflexion à l'accès 2 qui représente un coefficient de transmission de l'accès 1 vers l'accès 2.

Et avec,

$$R_1 = e^{-\gamma_0 L_1} \quad (26)$$

$$R_2 = e^{-\gamma_0 L_2} \quad (27)$$

$L_1$  Et  $L_2$  sont les distances des plans de référence de calibration à l'échantillon de matériau.

Ainsi, on peut exprimer le coefficient de réflexion comme suit :

$$\Gamma = \frac{Z_s - Z_0}{Z_s + Z_0} = \frac{\frac{1}{Z_0} - \frac{1}{Z}}{\frac{1}{Z_0} + \frac{1}{Z}} = \frac{\sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} - \sqrt{\frac{\epsilon}{\mu}}}{\sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}} + \sqrt{\frac{\epsilon}{\mu}}} = \frac{j\omega \frac{\sqrt{\epsilon_0 \mu_0}}{\mu_0} - j\omega \frac{\sqrt{\epsilon \mu}}{\mu}}{j\omega \frac{\sqrt{\epsilon_0 \mu_0}}{\mu_0} + j\omega \frac{\sqrt{\epsilon \mu}}{\mu}} = \frac{\frac{\gamma_0}{\mu_0} - \frac{\gamma}{\mu}}{\frac{\gamma_0}{\mu_0} + \frac{\gamma}{\mu}} \quad (28)$$

Et pour le coefficient de transmission :

$$T = e^{-\gamma L} \quad (29)$$

La somme des longueurs doit correspondre à la longueur du porte échantillon du guide d'ondes:

$$L_{tot} = L + L_1 + L_2 \quad (30)$$

Pour un échantillon de matériau magnétique, les grandeurs  $\epsilon_r$ ,  $\mu_r$ ,  $R_1$  et  $R_2$  sont inconnus, ce qui nécessite six équations pour la résolution. Si les distances des plans de référence de calibration à l'échantillon de matériau ne sont pas connues avec précision,  $L_1$  et  $L_2$  peuvent être éliminés en combinant les équations disponibles :

$$\begin{aligned}
 |S_{21}| &= \left| R_1 R_2 \left( \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) \right| = \left| e^{-\gamma_0 L_1} e^{-\gamma_0 L_2} \left( \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) \right| = \left| \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right| \\
 |S_{11}| &= \left| R_1^2 \left( \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) \right| = \left| e^{-2\gamma_0 L_1} \left( \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) \right| = \left| \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right|
 \end{aligned} \tag{31}$$

Le déterminant de la matrice de dispersion  $S$  donne :

$$\det \begin{vmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} R_1^2 \left( \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) & R_1 R_2 \left( \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) \\ R_1 R_2 \left( \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) & R_2^2 \left( \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) \end{vmatrix} = \frac{R_1^2 R_2^2 (\Gamma^2 - T^2)}{(1-\Gamma^2 T^2)} = e^{-2\gamma_0 (L_1 + L_2)} \frac{(\Gamma^2 - T^2)}{(1-\Gamma^2 T^2)} \tag{32}$$

Ce qui donne :

$$S_{11}S_{22} - S_{21}S_{12} = e^{-2\gamma_0 (L_{tot} - L)} \frac{(\Gamma^2 - T^2)}{(1-\Gamma^2 T^2)} \tag{33}$$

D'une autre part, nous avons :

$$\frac{S_{21} + S_{12}}{2} = R_1 R_2 \left( \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right) = e^{-\gamma_0 (L_1 + L_2)} \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} = e^{-\gamma_0 (L_{tot} - L)} \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \tag{34}$$

Ces équations permettent une résolution en termes de  $\varepsilon_r$  et  $\mu_r$ .

- **Algorithme Numérique de Newton-Raphson :**

Soit à résoudre le système d'équations  $F(X) = 0$  suivant :

$$\begin{cases} f_1(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r) = S_{11}S_{22} - S_{21}S_{12} - e^{-2\gamma_0 (L_{tot} - L)} \frac{(\Gamma^2 - T^2)}{(1-\Gamma^2 T^2)} = 0 \\ f_2(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r) = \frac{S_{21} + S_{12}}{2} - e^{-\gamma_0 (L_{tot} - L)} \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} = 0 \\ f_3(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r) = |S_{21}| - \left| \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right| = 0 \\ f_4(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r) = |S_{11}| - \left| \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \right| = 0 \end{cases} \tag{35}$$

Avec :

$$X = \begin{bmatrix} \varepsilon'_r \\ \varepsilon''_r \\ \mu'_r \\ \mu''_r \end{bmatrix} \tag{36}$$

## Chapitre II: Caractérisation des propriétés électromagnétiques

La localisation des racines des fonctions fait intervenir une matrice Jacobéenne formulée comme suit :

$$J = \begin{vmatrix} \frac{\partial f_1(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \varepsilon'_r} & \frac{\partial f_1(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \varepsilon''_r} & \frac{\partial f_1(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \mu'_r} & \frac{\partial f_1(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \mu''_r} \\ \frac{\partial f_2(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \varepsilon'_r} & \frac{\partial f_2(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \varepsilon''_r} & \frac{\partial f_2(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \mu'_r} & \frac{\partial f_2(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \mu''_r} \\ \frac{\partial f_3(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \varepsilon'_r} & \frac{\partial f_3(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \varepsilon''_r} & \frac{\partial f_3(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \mu'_r} & \frac{\partial f_3(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \mu''_r} \\ \frac{\partial f_4(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \varepsilon'_r} & \frac{\partial f_4(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \varepsilon''_r} & \frac{\partial f_4(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \mu'_r} & \frac{\partial f_4(\varepsilon'_r, \varepsilon''_r, \mu'_r, \mu''_r)}{\partial \mu''_r} \end{vmatrix} \quad (37)$$

Et impliquant une formule de différence centrée :

$$\frac{\partial f i(xj)}{\partial xj} = \frac{f i(xj+h) - f i(xj-h)}{2h} \quad (38)$$

La relation de récurrence de Newton donne :

$$X_{n+1} = X_n - J^{-1} F(X_n) \quad (39)$$

Une meilleure estimation des paramètres  $\varepsilon_r$  et  $\mu_r$  dépend des valeurs initiales. Les résultats d'une autre méthode (Nicholson- Ross- Weir) ou bien de matériaux connus peuvent être utilisés pour une meilleure initialisation.

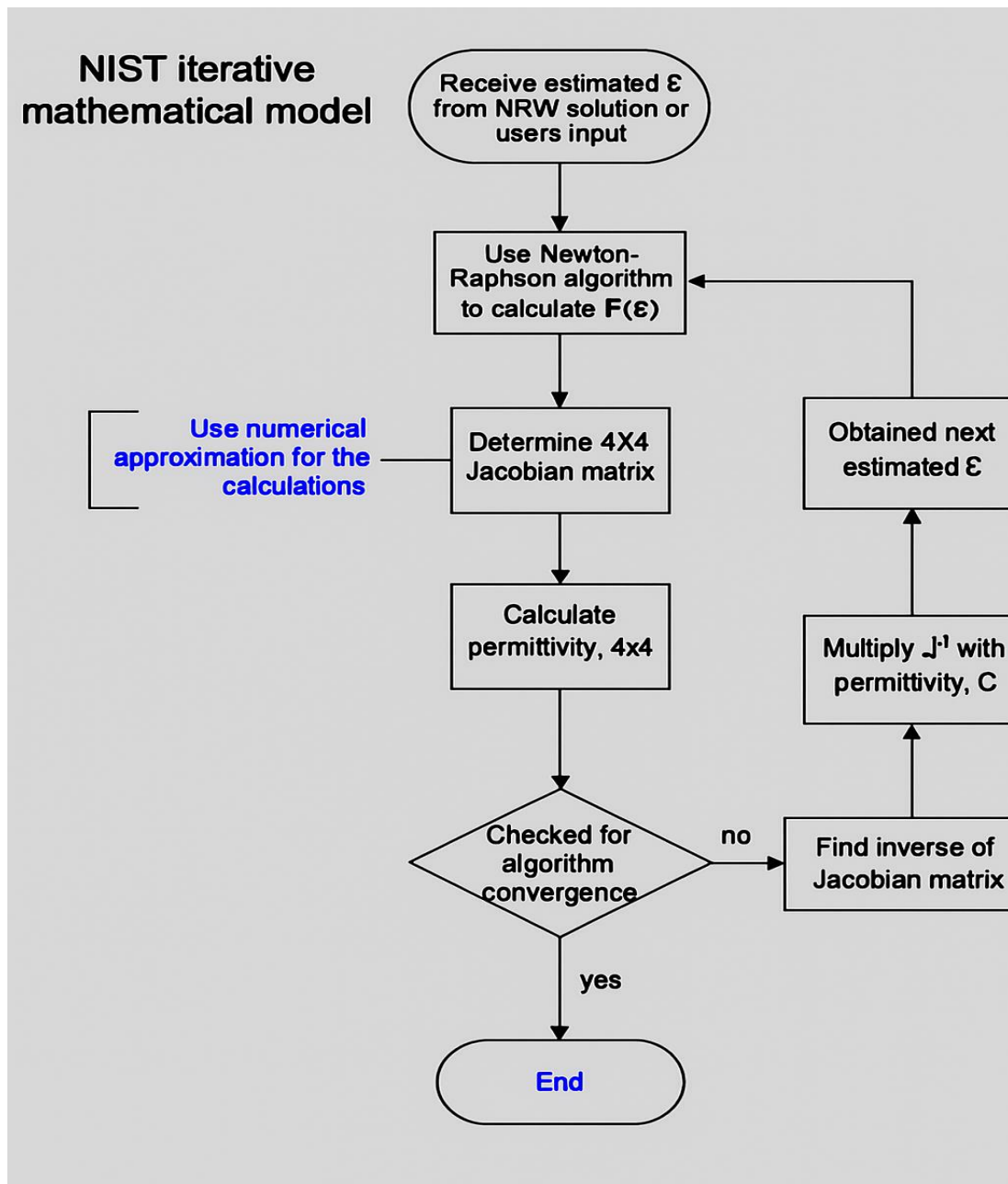


Figure II-15 Processus itératif de conversion (sauf qu'on a jacobien du  $4 \times 4$ ).[9]

### Conclusion

Dans ce chapitre nous avons évoqué le concept des paramètres électromagnétiques d'un matériau et les méthodes de caractérisation associées. Nous avons considéré en particulier l'aspect technique et théorique de la méthode de transmission /réflexion qui sera utilisée ultérieurement pour la caractérisation des nano-Mam de test.

# **III. Chapitre III : Analyse des Propriétés Structurales des Echantillons de Test**

### Introduction

Ce chapitre est consacré aux échantillons de test utilisés dans ce travail. Nous décrivons les méthodes d'élaboration de ces échantillons et d'analyse de leurs propriétés structurales. Une variété d'échantillon de test (nano- MAM) obtenus par dispersion de différentes poudres métalliques nanostructurées par broyage à billes dans une matrice polymère. L'analyse des propriétés structurales des échantillons a ensuite été menée à l'aide de plusieurs techniques complémentaires. La diffraction des rayons X (DRX) permet d'identifier les phases cristallines présentes et estimer les paramètres taille moyenne des cristallites. Une observation morphologique réalisée grâce à un microscope électronique à balayage (MEB) fournit des informations sur la forme, la taille et la distribution des particules. L'ensemble de ces analyses vise à établir un lien entre les conditions de synthèse et les propriétés structurales des matériaux obtenus, éléments clés pour comprendre et optimiser leurs performances dans des applications ultérieures.

### I. Echantillons de Test

Dans ce travail, nous considérons des nano- MAM composites obtenus à partir d'une matrice polymère thermodurcissable (état solide irréversible) renforcée par différentes poudres métalliques nanostructurées. Nous avons choisi dans un but de comparaison les renforts suivants :

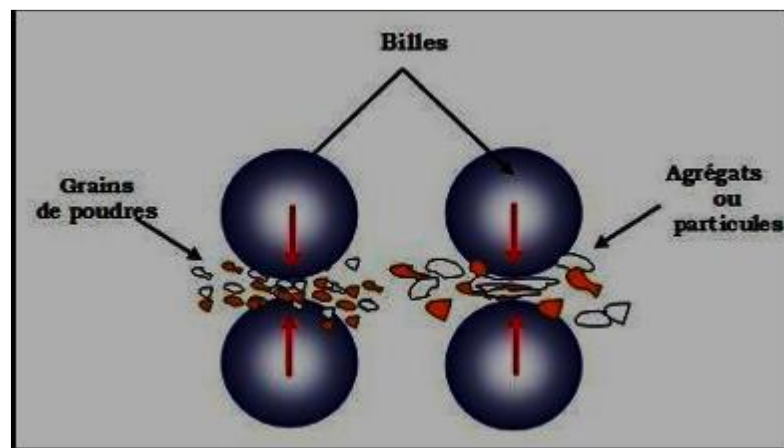
- Poudre élémentaire de Fer grossier (non nanostructuré),
- Poudre de Fer nanostructuré par broyage mécanique,
- Poudre de Fer- Cobalt nanostructurée par mécanosynthèse,
- Poudre de Fer- Cobalt- Néodyme nanostructurée par mécanosynthèse

### II. Broyage à billes

Le broyage à billes est l'une des pratiques ancestrales employées par l'homme pour la synthèse des matériaux. Le broyage à billes est actuellement utilisé pour diminuer la dimension des particules de divers matériaux, uniformiser les poudres, changer la forme des particules et créer des alliages amorphes, des composés intermétalliques ainsi que d'autres matériaux difficiles à synthétiser par des méthodes traditionnelles. Le broyage peut également générer des poudres dans un état non équilibré, que ce soit par la concentration d'énergie mécanique ou par l'accélération du processus de diffusion à travers les interfaces entre les composants. On peut moduler cette méthode pour l'analyse du changement structurel dans des réactions solides, comme les transitions de phases.



Le processus de synthèse par broyage est décrit par une succession d'événements au cours desquels les particules de poudres se fracturent puis se ressoudent, ce qui permet la formation de structures de plus en plus fines, dans lesquelles prennent place des réactions à l'état solide jusqu'à l'obtention d'un produit final ayant la même composition que le mélange initial. Ce produit est constitué de particules avec des grains de taille nanométrique séparés par des joints de grains non négligeables et est indépendant de la structure et de la morphologie des poudres de départ. Lors du processus de broyage, la poudre subit d'importantes déformations plastiques qui conduisent à la création de nombreux défauts localisés (comme des lacunes, des interstitiels, etc.), ainsi qu'à l'apparition de bandes de cisaillement composées de réseaux de dislocations. Les dislocations se réorganisent en parois par annihilation et recombinaison afin de former des sous-joints, et donc des sous-grains.[10]

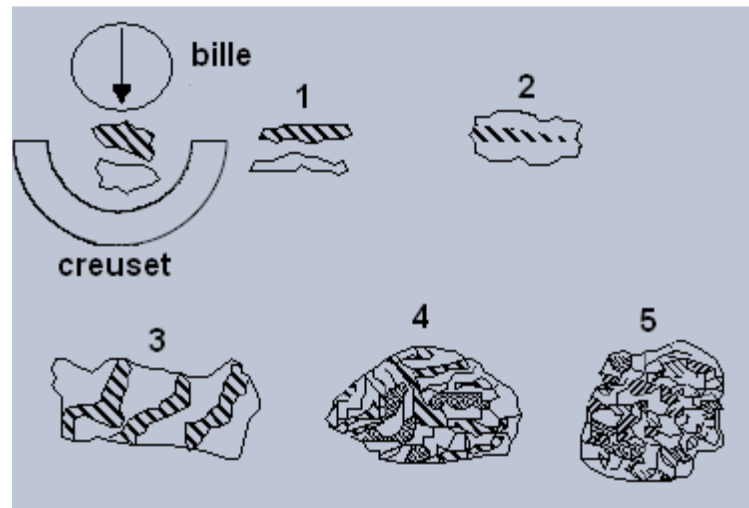


**Figure III-1** Principe du broyage mécanique

Ceci entraîne des modifications importantes dans la composition et la structure même de la poudre. De façon générale, les phénomènes de transformation qui produisent dans le mélange de poudres peuvent être classés en cinq catégories :

Soudure à froid de la poudre,

- Formation d'une structure lamellaire.
- Diffusion des éléments d'une phase dans l'autre.
- Homogénéisation.
- Réduction de la taille des cristallites.



**Figure III-2** Evolution du mélange de deux poudres A (blanc) et B (hachuré) montrant les phénomènes de déformations plastiques (1, 3), fractures (1, 2) et collages (2, 3).

### II.1. Types de broyage à billes

Le broyage à billes est un procédé mécanique qui implique des billes en acier inoxydable (généralement), un récipient rotatif ou vibrant et le matériau à broyer. Le principe du broyage à billes repose sur l'impact (déplacement, écrasement) et l'attrition (frottement et cisaillement) entre les billes, le récipient et le matériau à broyer. Il existe deux types de broyage à billes :

#### ↳ **Broyage Mécanique :**

Le broyage mécanique a pour objectif de réduire la taille des particules ou des grains d'un matériau. Aucun transfert matériel n'a lieu durant un broyage mécanique, il est appliqué à des poudres élémentaires ou bien pré-alliées dans le but d'obtenir une transformation polymorphique (changement de structure de la poudre sans altération de sa composition chimique).

#### ↳ **Mécanosynthèse :**

La mécanosynthèse représente une voie viable, simple de traitement en état solide, polyvalente et non coûteuse apte de produire des matériaux en équilibre ainsi que des matériaux hors équilibre comprenant des systèmes amorphes, matériaux quasi cristallins et nanocristallins, composés intermétalliques, céramiques, composites, solutions solides sursaturées, et alliages dont les ingrédients sont à températures de fusion largement différentes peuvent être obtenues par cette méthode.[11]

### II.2. Paramètres de broyage

On entend par paramètres de broyage, les paramètres influençant la nature du produit élaboré par broyage à billes. Ces paramètres sont :

- Type de broyeur : il existe des broyeurs à attrition, des broyeurs à vibration et des broyeurs planétaires.

- Rapport masse bille/ masse poudre,
- Dureté des outils de broyage (récipient, billes, etc...)
- Atmosphère de broyage,
- Dureté du matériau à broyer,
- Températures atteintes durant le broyage,
- Contamination.[12]

### II.3. Conditions d'élaboration des échantillons de test

Le fer et le cobalt sont des métaux de transition 3d, ils présentent la propriété remarquable de posséder une aimantation spontanée en l'absence de champ magnétique en dessous de la température de Curie Et ils sont de ce fait ferromagnétiques. Le Néodyme est un élément de la famille des terres rares, cette famille d'éléments possède des propriétés particulières dues à leur configuration électronique différente.

#### ↳ Propriétés du Fer

Le fer (numéro atomique  $Z=26$ ) existe à l'état massif dans plusieurs types d'empilements : une structure cubique centrée (c.c.) ferromagnétique, stable en dessous de  $911^{\circ}\text{C}$  ( $\text{Fe}\alpha$ ), de paramètre de maille  $a=0.2866\text{ nm}$  ; une structure cubique à faces centrées (c.f.c.) antiferromagnétique, stable entre  $911^{\circ}\text{C}$  et  $1392^{\circ}\text{C}$  ( $\text{Fe}\gamma$ ), de paramètre de maille  $a=0.356\text{ nm}$ , et une structure (c.c.) non magnétique au-dessus de  $1302^{\circ}\text{C}$  ( $\text{Fe}\delta$ ). C'est un métal lourd, ductile possède d'excellentes propriétés d'écoulement, de fluidité et de moulage ainsi que de meilleures résistance, ductilité et dureté :

- Température de fusion :  $1536.5^{\circ}\text{C}$
- Système cristallin : cubique centré
- Température d'ébullition :  $3000^{\circ}\text{C}$
- Masse volumique :  $7.9\text{ [kg/dm}^3\text{]}$
- Résistivité électrique :  $9.71.10^{-6}\text{ [\Omega.cm]}$
- Conductivité thermique :  $0.732\text{ [J/cm.S.K]}$

#### ↳ Propriétés du Cobalt

On connaît le cobalt depuis l'antiquité grâce à ses composés qui colorent le verre d'un

bleu intense. Il est utilisé dans les alliages, les aimants, les dispositifs d'enregistrement magnétique et comme catalyseur dans l'industrie pétrolière. Le cobalt (numéro atomique  $Z=27$ ) existe à l'état massif dans deux types d'empilement : une structure hexagonale compacte (h.c.) en dessous de  $425^{\circ}\text{C}$  de paramètres de maille  $a=0.251\text{ nm}$  et  $c=0.407\text{ nm}$ , et une structure (c.f.c.) à haute température, de paramètre de maille  $a=0.355\text{ nm}$ . Le cobalt est de couleur blanche argentée avec un reflet de gris possédant les propriétés suivantes :

- Etat ordinaire : solide ferromagnétique
- Système cristallin : hexagonal compact
- Température de fusion :  $1494.9^{\circ}\text{C}$
- Température d'ébullition :  $2926.9^{\circ}\text{C}$
- Conductivité électrique :  $17.2 \cdot 10^6\text{ S/m}$
- Conductivité thermique :  $100\text{ W/(mK)}$

#### ↳ Propriétés du Néodyme

- Etat ordinaire : solide
- Système cristallin : hexagonal compact double
- Température de fusion :  $1016^{\circ}\text{C}$
- Température d'ébullition :  $3074^{\circ}\text{C}$
- Conductivité électrique :  $1.57 \cdot 10^6\text{ S/m}$
- Conductivité thermique :  $16.5\text{ W/(mK)}$

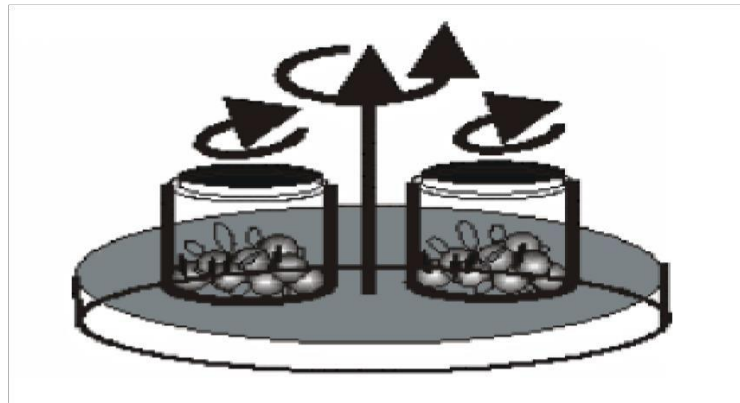
#### ↳ Conditions de broyage

Type de broyeur	Planétaire
Nombre de billes	18
Vitesse de broyage	200 [tpm]
RBP	20 :1
Durées de broyage	36 h
Nature du système de broyage	Acier inoxydable

**Tableau III-1** Conditions de broyage.

Dans un broyeur planétaire, les poudres élémentaires sont chargées dans les jarres de broyage qui sont disposées excentriquement sur la roue solaire du broyeur, la roue solaire tourne à

vitesse angulaire dans le sens contraire à celui de la rotation des jarres et ce, dans un rapport de -1.25, -2, -2.5, -3. Selon ce rapport il peut y avoir le processus de mode de choc provoqué par les billes en mouvement (on transfère de l'énergie cinétique au matériau) et le processus de mode de friction provoqué par roulement entre billes (l'énergie transférée au système est plus complexe à définir). Les billes de broyage situées dans une jarre subissent une déviation résultant des mouvements de rotations superposés, responsables de la dite force de Coriolis. Les différences de vitesse entre les billes et les jarres de broyage entraînent une interaction entre des forces d'impact et de friction libérant des énergies dynamiques importantes. La combinaison de ces forces se traduit par le degré de broyage élevé et très efficace des broyeurs planétaires à billes. Le choix des jarres et leur remplissage de billes déterminent le rendement et le résultat du traitement.



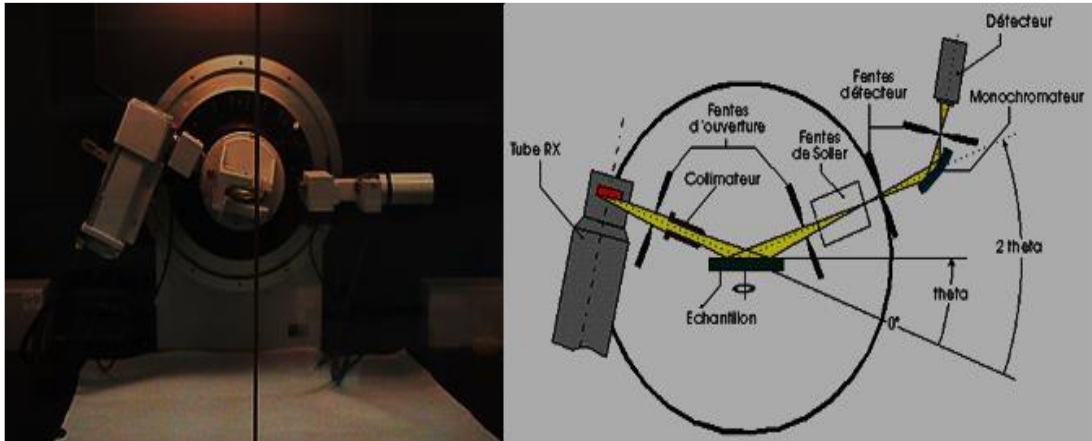
*Figure III-3* Principe de rotation : jarres – roue solaire dans un broyeur planétaire.

### III. Techniques de Caractérisation des poudres nanostructurées

#### III.1. Diffraction des Rayons X (DRX)

Cette méthode d'analyse cruciale pour la caractérisation des matériaux. Reconnue pour sa capacité à explorer les phases cristallines, la DRX se déploie largement dans l'étude de structures cristallines, qu'elles soient microscopiques ou sur une échelle macroscopique. Sa précision permet non seulement de détecter les différentes phases présentes mais aussi de déterminer les structures avec une exactitude remarquable. Utilisée sur des matériaux allant des pièces mécaniques aux nanomatériaux, cette technique analytique fiable offre une analyse rapide et non destructrice, idéale pour une variété d'applications dans le domaine des sciences des matériaux. Les rayons X sont des ondes électromagnétiques, caractérisée par une courte longueur d'onde qui délimité entre 0.1 (limite des rayons  $\gamma$ ) et 100 Å (limite de l'U.V lointain), c'est à dire ils ont une fréquence comprise entre 1016 Hz et 1020 Hz, et en termes 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.[13]



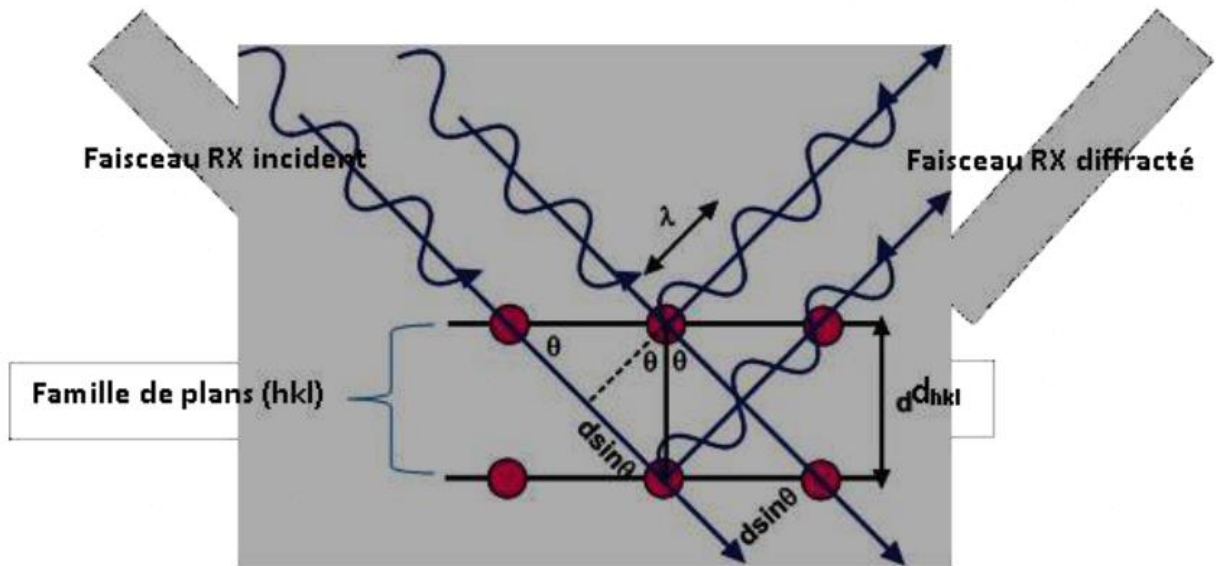
**Figure III-4** Diffractomètre de rayons X et son principe de fonctionnement.

#### Principe :

Les rayons X, qui ont des longueurs d'onde inférieures à 1nm, permettent d'observer ces phénomènes de diffraction par les cristaux. Ainsi, en éclairant un cristal avec un faisceau de rayons X, (Figure 3.5), on obtient un spectre de diffraction constitué de pics caractéristiques des plans réticulaires diffractant. La position de chaque pic, c'est-à-dire l'angle de diffraction  $\theta$ , dépend de l'orientation et de la distance réticulaire de la famille de plans diffractant, cet angle vérifie la relation de Bragg :

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

Ou  $d_{hkl}$  est la distance inter réticulaire (distance entre deux plans successifs de la même famille d'indices  $hkl$ ),  $\theta$  est l'angle d'incidence des rayons X sur la surface du matériau étudié,  $n$  un nombre entier représentant l'ordre de la réfraction et  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau de rayons X (de l'ordre des distances interatomiques). [10]



**Figure III-5** Diffraction d'un faisceau de RX par une famille de plans (hkl).

Au-delà de l'identification des phases, la diffraction des rayons X offre une analyse approfondie de la structure cristalline. En étudiant les spectres de diffraction obtenus, les chercheurs peuvent extraire des données sur les paramètres de maille, les angles de réseau et les défauts cristallins. Cette capacité à déchiffrer la nature cristalline d'un échantillon en fait un outil précieux dans le développement de nouveaux matériaux et leur optimisation pour des applications spécifiques.

Il existe les méthodes de Scherrer, Williamson-Hall, Halder-Wagner, Ritveld et le software "high score" pour l'investigation de la taille des cristallites et grains le taux des microdéformations et le facteur de forme. Dans ce travail, nous avons opté pour la méthode de Williamson-Hall.

#### Méthode de Williamson- Hall

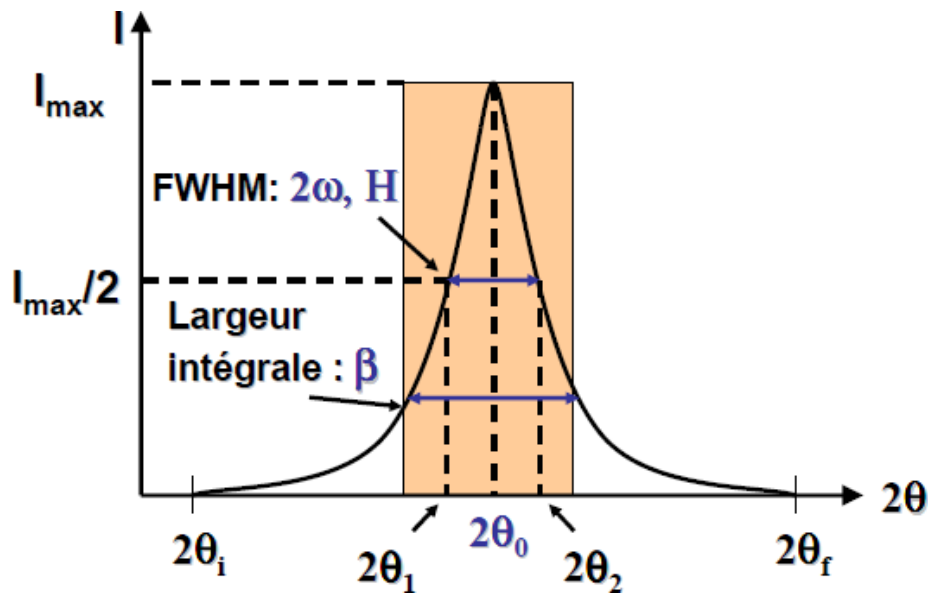
L'analyse des poudres donne des diffractogrammes qui contiennent principalement trois types d'informations :

- La position des raies qui permet de remonter à la nature de la phase cristalline et aux paramètres de maille.
- La forme des raies qui contient des informations sur la taille des domaines cohérents de diffraction et sur le taux de défauts de structure.
- L'intensité relative des raies qui permet de remonter à des informations structurales.

Les paramètres représentatifs d'une raie de diffraction représentés sur la Figure 3.6 sont généralement les suivants :

- La position  $2\theta$
- L'intensité maximale  $I_{\max}$
- La largeur à mi-hauteur  $w$  :  $w = 2\theta_2 - 2\theta_1$
- La largeur intégrale :

$$\beta = \frac{\int_{2\theta_1}^{2\theta_2} I(2\theta) d(2\theta)}{I_{\max}} \quad (2)$$



**Figure III-6** Représentation des largeurs intégrale et à mi-hauteur FWHM d'un profil de raie.

Dans la méthode de Williamson-Hall, la taille moyenne des cristallites est donnée par :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta_{hkl}\cos\theta} \quad (3)$$

Les microdéformations accumulées dans les poudres à cause des imperfections du réseau cristallin et des distorsions durant le processus de broyage s'écrivent :

$$\varepsilon = \frac{\beta_{hkl}}{4\tan\theta} \quad (4)$$

Avec,

$K$ : facteur de forme,

$\lambda$ : longueur d'onde de la radiation,

$\theta$ : demi angle de Bragg,

$\beta_{hkl}$ : largeur à mi- hauteur



La largeur de la raie DRX (pic) s'écrit :

$$\beta_{hkl} = 4\varepsilon \tan\theta + \frac{K\lambda}{D\cos\theta} \quad (5)$$

$$\beta_{hkl} \frac{\cos\theta}{\lambda} = 4\varepsilon \frac{\sin\theta}{\lambda} = \frac{K}{D} \quad (6)$$

Cette équation de droite (fonction linéaire) s'appelle l'équation de Williamson-Hall. Le tracé de  $\beta_{hkl} \frac{\cos\theta}{\lambda}$  en fonction de  $\frac{\sin\theta}{\lambda}$  permet de déterminer la taille des cristallites et le taux des microdéformations par une courbe de tendance linéaire des données. [12]

#### III.2. Microscopes électroniques à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. Le MEB étudie la morphologie en 3D d'une surface ou d'un objet et également sa composition chimique (microanalyse X). Aujourd'hui, la microscopie électronique à balayage est utilisée dans des domaines allant de la biologie à la science des matériaux, et un grand nombre de constructeurs proposent des appareils de série équipés de détecteurs d'électrons secondaires et dont la résolution peut aller jusqu'à 1 nm. [14]

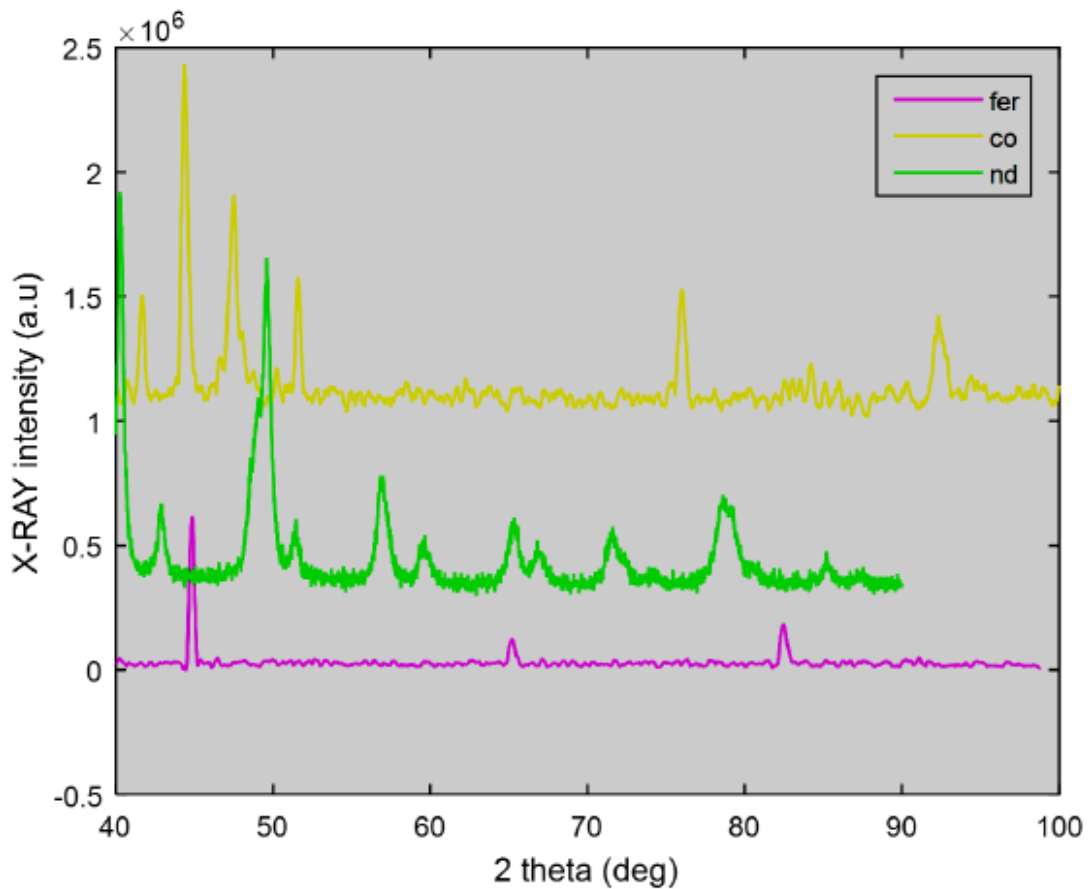


**Figure III-7** microscope électronique à balayage JEOL.

### IV. Analyse des propriétés structurales des échantillons de Test

#### IV.1. Analyse microstructurale (DRX)

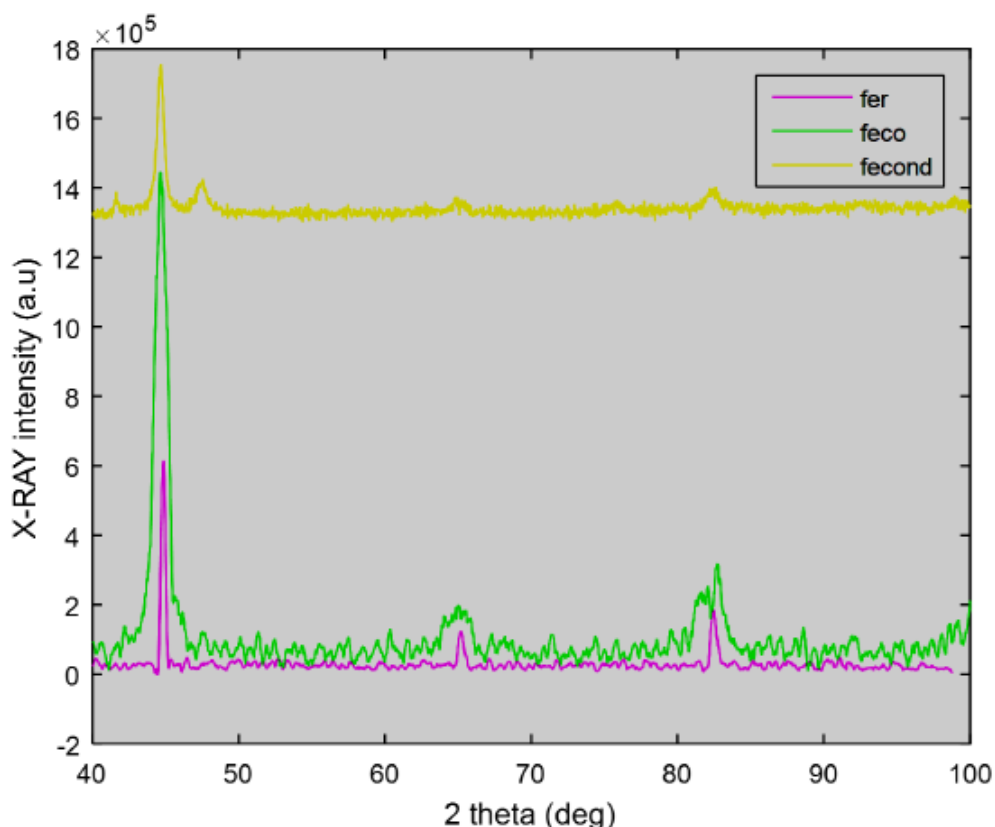
Les mesures de diffraction des rayons X (dans notre cas sur poudres) nous fournissent la valeur de l'intensité pour chaque angle  $2\theta$ . A partir de ces valeurs on trace un diagramme de diffraction des rayons X-diffractogramme. En utilisant le logiciel Xpert High Score plus associé, et à partir des résultats expérimentaux, les angles de Bragg  $2\theta$  et l'intensité associée ont permis de tracer les spectres suivants :



**Figure III-8** Spectre DRX des poudres élémentaires.

La figure représente les spectres de diffraction des rayons X (DRX) sur les poudres élémentaires de : fer pur, cobalt et néodyme. Le spectre de diffraction sur le fer montre des pics localisés aux angles ( $44,7^\circ$ ,  $65,81^\circ$  et  $82^\circ$ ), caractérisant la phase  $\alpha$ -Fe (ferrite cubique centrée). Par contre la poudre du cobalt présente des pics localisés aux angles ( $41,6^\circ$ ,  $44,22^\circ$ ,  $47,44^\circ$ ,  $51,50^\circ$ ,  $75,84^\circ$ ,  $92,25^\circ$ ) ce qui est typique à sa phase cristalline hexagonale compacte (hcp). La poudre du néodyme, présente plusieurs pics nets et intenses bien répartis dans toute la gamme angulaire discrète ( $40,28^\circ$ ,  $49,66^\circ$ ,  $57,05^\circ$ ,  $65,34^\circ$ ,  $71,59^\circ$ ,  $78,62^\circ$ ), suggérant une bonne cristallinité et la présence de plusieurs plans cristallins actifs. L'intensité élevée et la complexité du spectre du

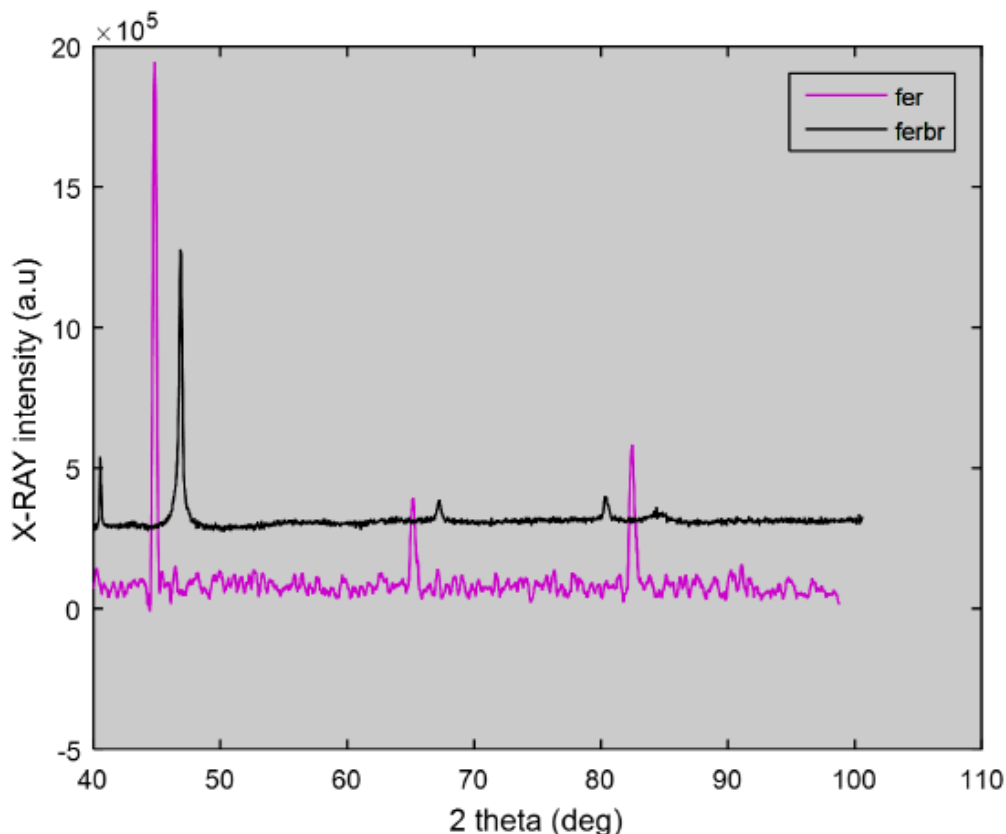
Nd peuvent également indiquer une structure cristalline complexe avec plusieurs orientations. La comparaison montre des différences nettes en termes de position, d'intensité et de largeur des pics, ce qui reflète la diversité structurale des trois éléments.



**Figure III-9** Spectre DRX des poudres de fer élémentaire, FeCo broyé et FeCoNd broyé.

Le spectre de diffraction des rayons X (DRX) montre une comparaison entre le fer pur, l'alliage fer-cobalt (FeCo) et l'alliage fer-cobalt-néodyme (FeCoNd). Pour le spectre de diffraction sur l'alliage  $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$  (rapport massique) on constate que les pics correspondant au cobalt disparaissent complètement ce qui confirme la formation de l'alliage  $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$  par diffusion de la phase de cobalt dans la matrice du fer favorisant ainsi la formation d'une solution solide entre le fer et le cobalt. Les pics du fer s'élargissent et diminuent en intensité, ce qui indique une diminution de la taille des cristallites et une augmentation des déformations internes induites par le processus de broyage. Quant à l'échantillon FeCoNd, son spectre de diffraction se distingue par l'absence quasi totale des pics nets du Nd et du Co et une intensité de fond très élevée, traduisant une forte désorganisation cristalline. Cela suggère une structure nanocristalline, probablement due à l'introduction du néodyme qui perturbe l'ordre cristallin. L'augmentationns confirment une évolution structurale progressive allant d'un état cristallin

bien ordonné (fer) vers un état cristallin désordonné et nanostructuré (FeCoNd), en lien direct avec l'augmentation de la déformation et la réduction de la taille cristallite au cours du traitement.

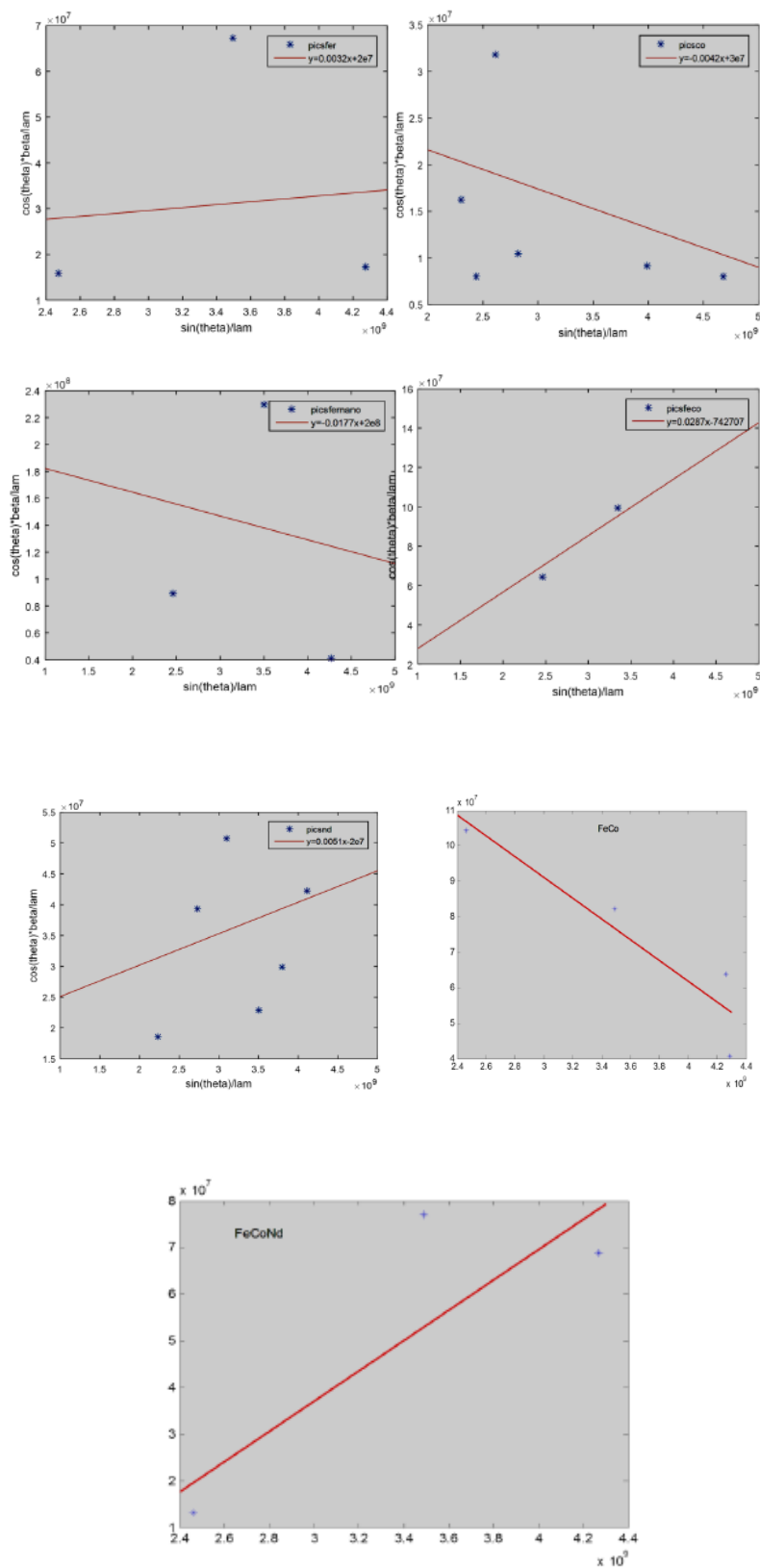


**Figure III-10** Spectre DRX des poudres de fer élémentaire et Fer broyé

Dans cette figure on fait une comparaison entre les spectres de diffraction des rayons X (DRX) sur des poudres de fer pur et de fer broyé (36h). Le spectre de diffraction des rayons x sur la poudre de fer pure montre des pics de différentes intensités autour des angles de diffraction de  $44,7^\circ$ ,  $65^\circ$  et  $82^\circ$ , indiquant la structure cristalline bien ordonnée du fer pur. Après 36 heures de broyage, les pics de diffraction deviennent plus larges et moins intenses et montre un déplacement vers les angles les plus élevées ( $46,88^\circ$ ,  $67,29^\circ$ ,  $84,34^\circ$ ) ce qui traduit une réduction de la taille des cristallites ainsi qu'une augmentation des défauts cristallins et des contraintes internes. L'élargissement des pics peut être attribué à la diminution de la taille des grains ou bien l'augmentation du taux de déformation structurale. Les pics de la phase  $\alpha$ -Fe sont encore présents, leur altération montre que le broyage mécanique affecte significativement la microstructure du matériau tout en conservant la nature cristalline de base.

### Chapitre III : Analyse des Propriétés Structurales des Echantillons de Test

Les tracés des données extraites des pics de diffraction de rayons X et leurs courbes de tendance linéaire sont illustrés dans la (figure 3.11).



**Figure III-11** des pics de diffraction de rayons X et leurs courbes de tendance linéaire

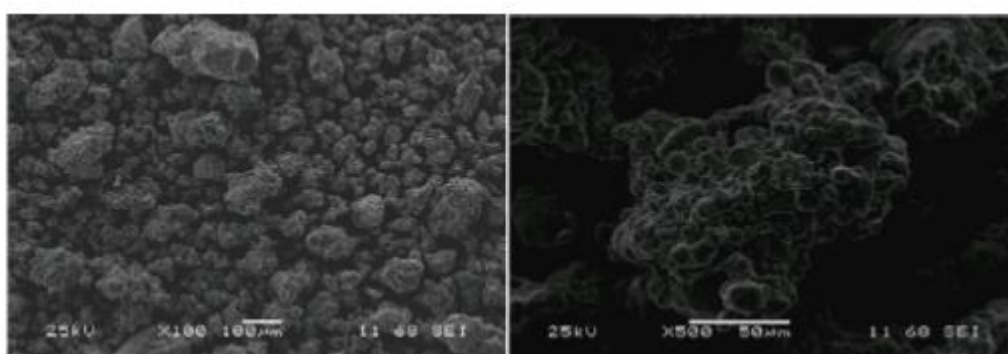
Eléments Paramètres	Fe	Co	Nd	Fe broyé	FeCo	FeCoNd
D	$50 \cdot 10^{-9}$	$33.3 \cdot 10^{-9}$	$50 \cdot 10^{-9}$	$5 \cdot 10^{-9}$	$5.58 \cdot 10^{-9}$	$16.66 \cdot 10^{-9}$
$\epsilon$	0.08	0.10	0.1275	0.4425	0.72	0.81

**Tableau III-2** Résultats obtenus en utilisant la méthode de Williamson- Hall

L'évolution des tailles cristallines montre une **diminution significative** de la taille des grains après broyage, particulièrement dans l'échantillon **de Fer broyé**, dont la taille atteint **5 nm**, ce qui confirme l'efficacité du broyage mécanique à produire des structures nanométriques. Par contre, le taux des microdéformations augmente progressivement avec la durée du broyage. Les échantillons **Fe-Co** et Fe-Co-Nd montrent les taux de déformation les plus élevés traduisant une forte densité de dislocations et de contraintes internes induites par la mécanosynthèse. Cela confirme que le broyage intensif entraîne une fragmentation des grains accompagnée d'une accumulation de défauts cristallins.

#### IV.2. Analyse Morphologique

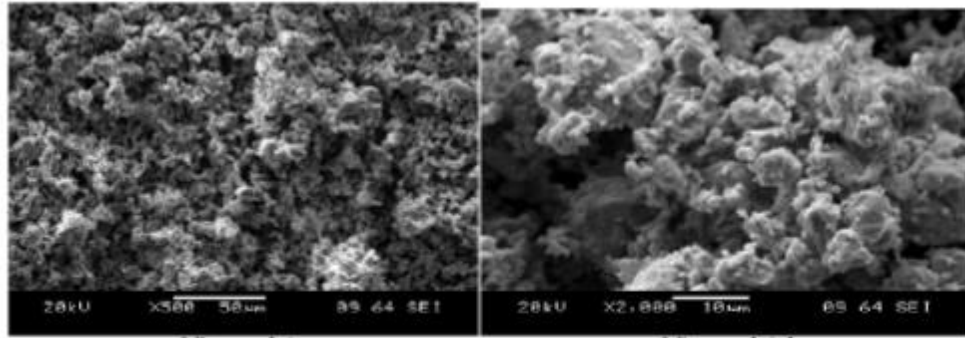
La morphologie et taille des particules observées par Microscopie Electronique à Balayage (JEOL JSM 6360) sur des échantillons de poudres collées sur des supports polissés couverts de résine donne les micrographes suivants :



**Figure III-12** Micrographes Electroniques à Balayage : fer pur.

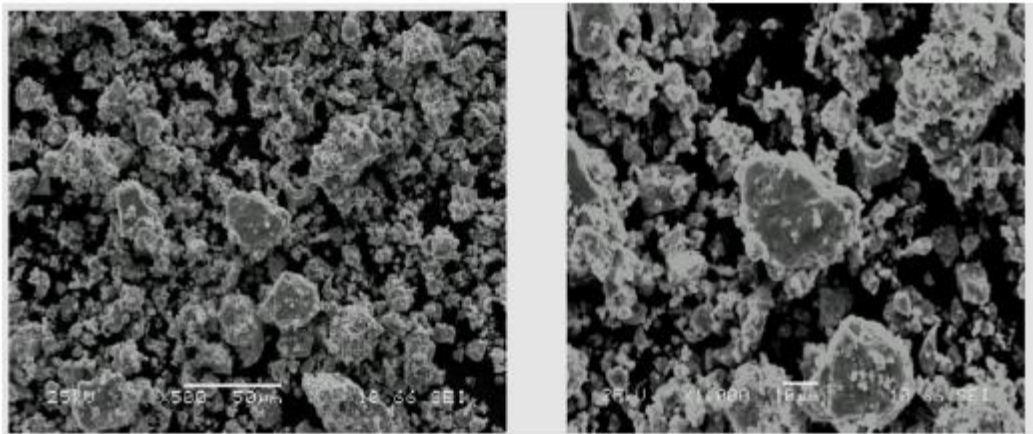
La Figure 3.12 montre des micrographes MEB de poudres élémentaires de fer consistant en particules de fer grossier de taille moyenne de 100 µm. Avec un agrandissement suffisant on peut distinguer nettement des dendrites primaires avec des branches secondaires. Un agrandissement plus important permet de distinguer nettement le caractère ductile des poudres

réfléchi par leurs formes presque sphériques



**Figure III-13** Micrographes Electroniques à Balayage : fer broyé (36h).

Durant le processus de broyage, la forme initiale des particules commence à disparaître au profit d'une forme aplatie de disques relativement déformés suite aux déformations plastiques dites sévères causées par les forces compressives induites par contacts entre les billes, poudres et parois des jarres. La poudre est soit projetée contre les parois et écrasée puis ressoudée, soit collée aux parois après chocs et écrasée à maintes reprises. La différence de taille est donc due aux phénomènes de fracture et de soudage à froid entraînés avec le processus de broyage mécanique à haute énergie.



**Figure III-14** Micrographes Electroniques à Balayage : fer broyé (36h).

Il en est de même pour le FeCo, lorsque le broyage est étendu, les grosses particules ont tendance à disparaître et la dispersion en taille est fortement réduite au profit d'une tendance vers l'homogénéité. Le processus de fracture domine le processus de broyage à haute énergie à ce stade et la taille moyenne des particules est réduite avec l'apparition de formes isotopiques et irrégulières et une distribution prononcée. Nous remarquons que les particules sont disposées en chaînes ou sous forme d'agrégats et se présentent principalement sous forme de feuilles de

### **Chapitre III : Analyse des Propriétés Structurales des Echantillons de Test**

---

taille moyenne de 10  $\mu\text{m}$ . Il est connu que le processus de broyage mécanique à haute énergie atteint un état stationnaire où les particules adoptent des tailles et des formes homogènes.

#### **Conclusion**

Dans ce chapitre nous avons introduits les échantillons de test utilisés dans ce travail et nous avons mentionné les techniques et conditions d'élaboration de ces échantillons. Les méthodes de caractérisation structurales qui permettent de vérifier l'état structural à l'échelle nanométrique en termes de maille cristalline, taille des grains et taux de microdéformations ainsi que l'état morphologique en termes de forme et tailles de particules ont été abordées. Les résultats obtenus à partir d'enregistrements de spectres DRX et micrographes MEB ont été présentés et commentés.



# **IV. Chapitre IV : Propriétés Electromagnétiques des Echantillons de Test**

### Introduction

Dans ce chapitre, nous exposons et analysons les résultats issus de deux campagnes expérimentales visant à caractériser le comportement électromagnétique de différents échantillons de test. Les expériences ont été menées dans la bande de fréquences X (**8 à 12 GHz**) avec des objectifs précis : l'analyse des **paramètres S** ( $S_{11}$ ,  $S_{21}$ ,  $S_{12}$ ,  $S_{22}$ ) des matrices de dispersion fournis sous forme complexe (module, phase), calcul de l'**absorption effective**, extraction des constantes **électromagnétiques complexes** (perméabilité  $\mu$  et permittivité  $\epsilon$ ) à l'aide de la méthode itérative de Newton et enfin une évaluation des pertes en réflexion est proposée. Une étude comparative entre les échantillons met en évidence l'influence de la composition et de la microstructure sur la réponse électromagnétique.

### I. Cellule de Mesure

La cellule de mesure des paramètres S se compose de deux tronçons de guide d'ondes métallique rectangulaire de section creuse (22.86 x 10.16 mm) propageant des ondes électromagnétiques dans la gamme de fréquences (8 - 12) GHz associé à un analyseur de réseaux Agilent 8719 qui effectue des mesures à deux ports en transmission/ Réflexion sur des échantillons de test massif obtenu par dispersion (30vol.%) de différentes poudres nanostructurées dans une matrice polymère de résine époxy. Nous opté pour les mesures suivantes :

- guide d'ondes vide (référence),
- résine seule,
- nanocomposite à base de Fer grossier (avant broyage),
- nanocomposite à base de Fer nanostructuré par broyage mécanique (pendant 36h),
- nanocomposite à base d'un alliage Fe<sub>65</sub>Co<sub>35</sub> nanostructuré par mécanosynthèse (pendant 36h),
- nanocomposite à base d'un alliage Fe<sub>63</sub>Co<sub>35</sub>Nd<sub>2</sub> nanostructuré par mécanosynthèse (pendant 36h).



**Figure IV-1** Cellule de caractérisation électromagnétique.

### II. Paramètres de dispersion S

La figure 4.2 illustre les modules des paramètres de dispersion S enregistrés par l'analyseur de réseaux dans la bande de fréquences 8 à 12 GHz. Une première analyse des paramètres S ( $S_{11}$ ,  $S_{21}$ ,  $S_{12}$ ,  $S_{22}$ ) concerne les échantillons de test : résine, Fer (Fe) et le Fer broyé pendant 36 heures (Fe36h) ainsi que le vide. Les mesures montrent que le vide présente une transmission quasi totale ( $S_{21} \approx 0$  dB) et une réflexion minimale ( $S_{11} \approx -40$  dB), servant ainsi de référence. Les paramètres de transmission  $S_{21}$  et  $S_{12}$  diminuent progressivement de la résine au Fer broyé. Les paramètres de réflexion  $S_{11}$  et  $S_{22}$  sont par contre importants pour les trois échantillons de matériaux à cause du caractère conducteur des nanoparticules métalliques de renforts et à l'aspect polymère de la résine composée de macromolécules. Les spectres des paramètres  $S_{21}$  et  $S_{12}$  sont semblables sur la bande (8 - 12) GHz, ceci permet de conclure une réciprocité des échantillons de test. Les spectres des paramètres  $S_{11}$  et  $S_{22}$  sont également semblables, ce qui permet de conclure une symétrie des échantillons de test. Les variations de phases associées aux paramètres S sont illustrées dans la figure 4.3.

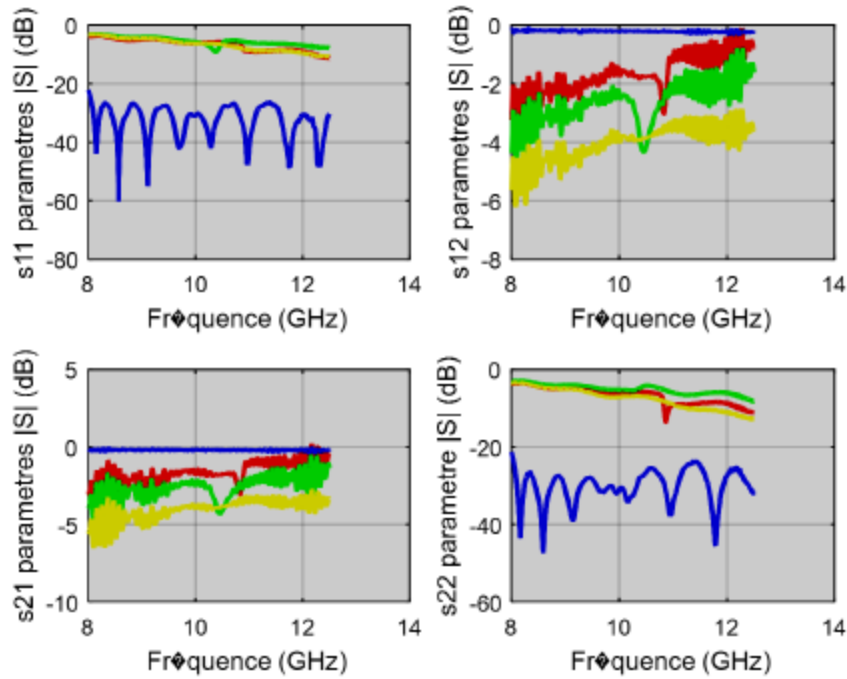


Figure IV-2 Modules de paramètres S.

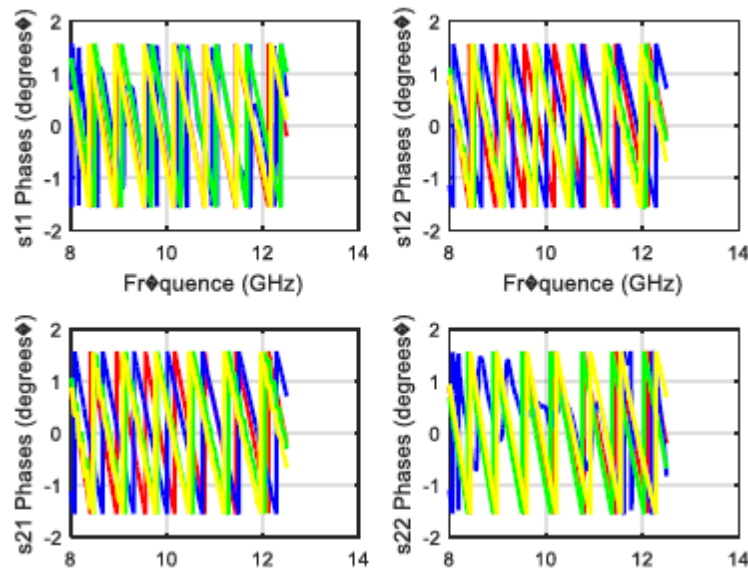


Figure IV-3 phases de paramètres S.

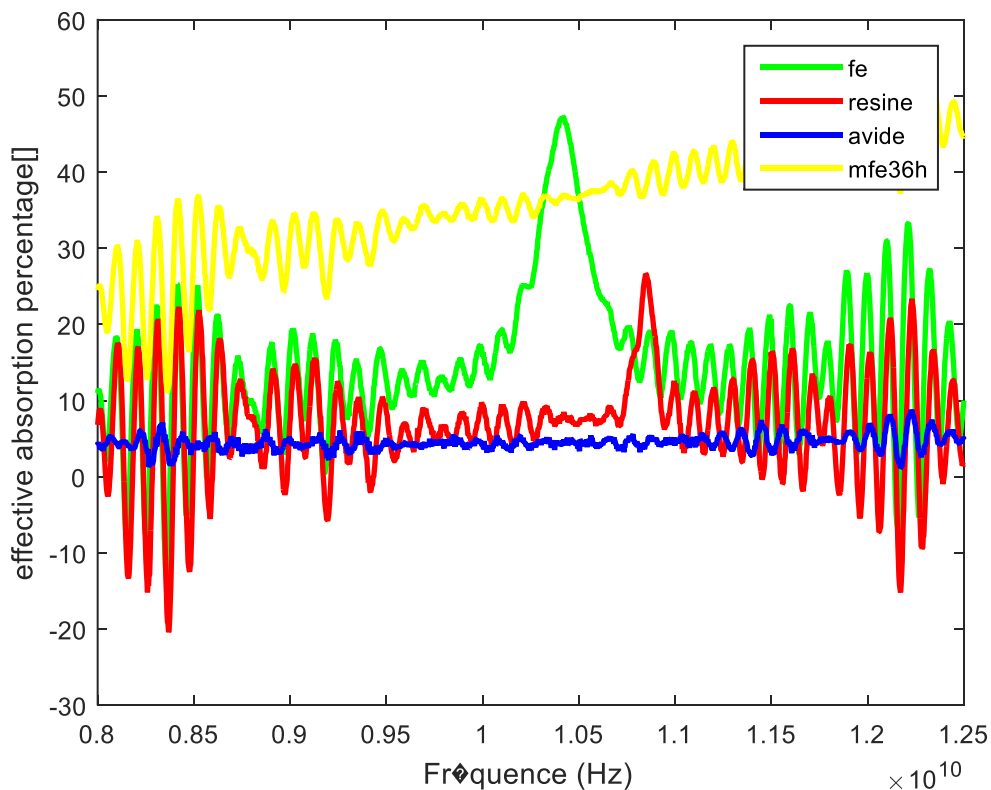
Bleu : vide, Rouge : résine, vert de 'fer pur' jaune : fer broyé.

Les paramètres S mesurés ont permis l'évaluation d'un pourcentage d'absorption effective selon l'équation :

$$A_{eff} = 100(1 - S_{11}^2 - S_{12}^2) \quad (1)$$

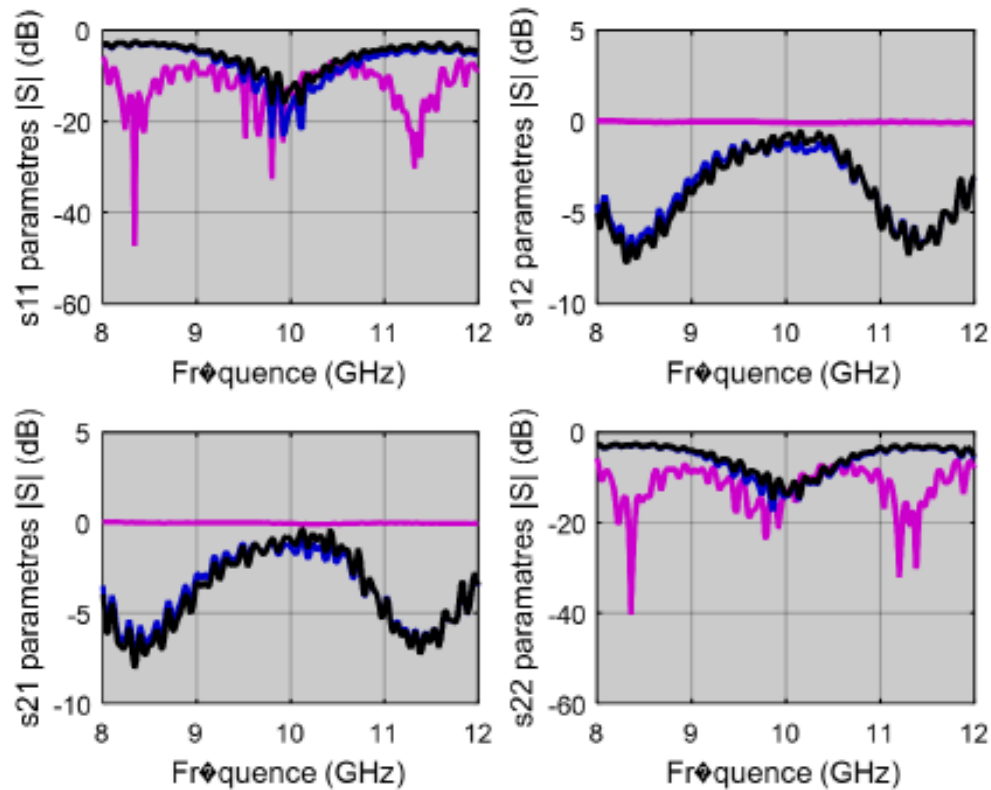
Les résultats obtenus pour les échantillons de résine, Fer et Fer broyé présentés dans la figure 4.4 montrent une évolution progressive du pourcentage d'absorption effective en fonction de la

composition des échantillons de test. Une très faible absorption est observée dans le cas du guide d'ondes vide sur toute la bande de fréquences, suivie de celle de la résine qui reste faible. Le pourcentage d'absorption effective augmente légèrement pour le Fer qui présente un pic marqué d'absorption atteignant environ 50 % à 10.5 GHz, mais son efficacité est concentrée dans une bande étroite. En revanche, le fer broyé pendant 36h montre une amélioration significative par rapport aux autres échantillons sur toute la bande de fréquences. Une légère augmentation.



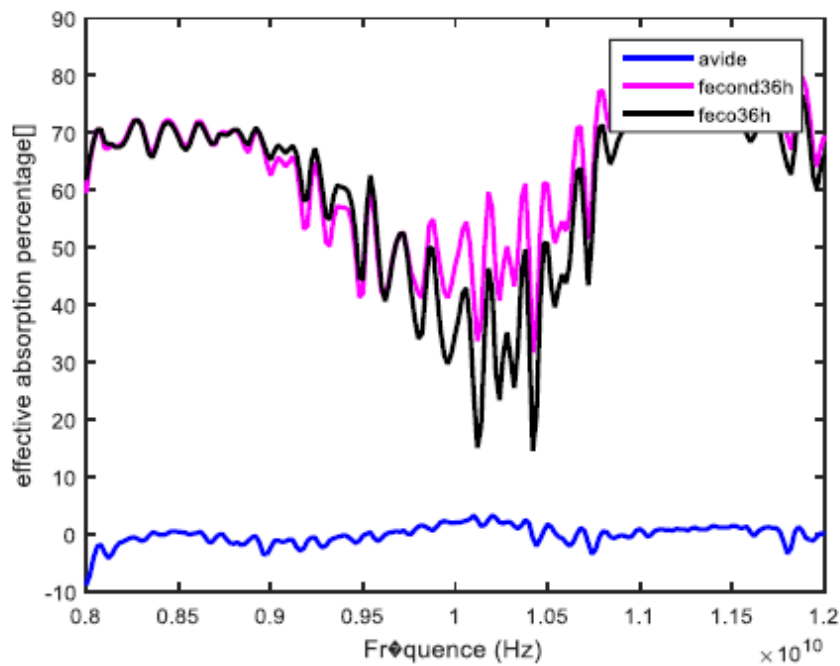
**Figure IV-4** l'évolution du pourcentage d'absorption électromagnétique en fonction de la fréquence.

Avec la fréquence est également constatée. Cette amélioration est attribuée à la réduction de taille des particules après broyage mécanique. Une seconde analyse de mesure de paramètres S concerne des échantillons de test nanocomposites à base d'alliages  $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$  et  $\text{Fe}_{63}\text{Co}_{35}\text{Nd}_2$  obtenus par mécanosynthèse durant 36h de broyage. Les spectres présentés dans la figure 4.5 en comparaison avec une mesure à vide montrent que les deux alliages révèlent une réflexion importante mais aussi une absorption significative. L'ajout du Cobalt et du néodyme dans l'alliage intensifie ces effets, avec des creux plus prononcés pour tous les paramètres S. Les variations de phases associées aux paramètres S sont illustrées dans la figure 4.6.



**Figure IV-5** modules de paramatres S (bleu 'fe co 36h' maganta 'a vide' noir 'fe co nd 36h')

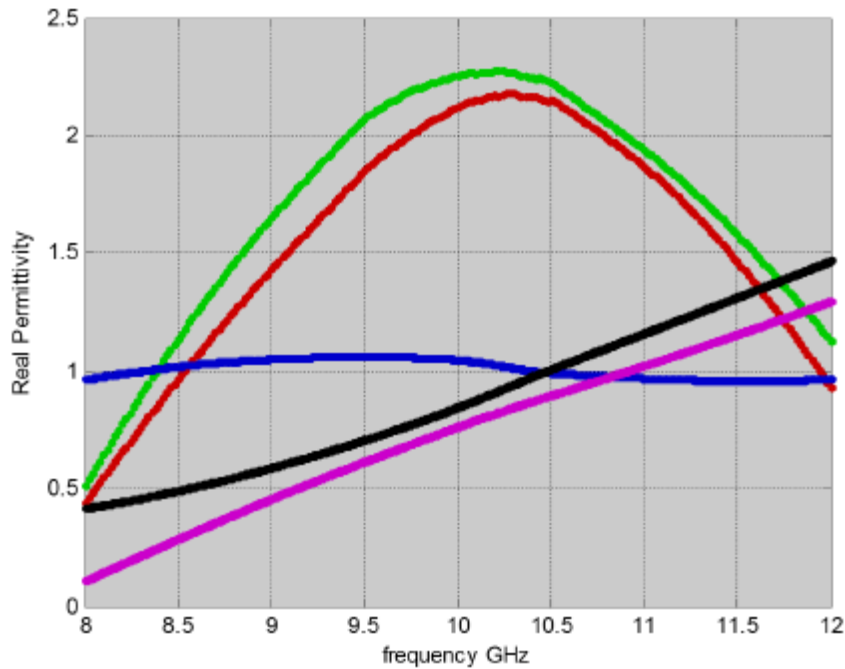
Les pourcentages d'absorption effective calculés pour ces échantillons en comparaison avec le vide sont illustrés dans la figure 4.7. On note que les nanocomposites à base du  $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$  et  $\text{Fe}_{63}\text{Co}_{35}\text{Nd}_2$  atteignent des taux d'absorption nettement plus élevés, (70% – 80%) avec des fluctuations caractéristiques. Le  $\text{Fe}_{63}\text{Co}_{35}\text{Nd}_2$  montre globalement une absorption plus soutenue et plus large en bande que le  $\text{Fe}_{63}\text{Co}_{35}\text{ce}$  qui confirme que l'ajout de néodyme et le traitement prolongé améliorent les propriétés absorbantes du matériau. Ces résultats confirment l'efficacité des composites à base de FeCoNd comme absorbeurs d'ondes électromagnétiques dans la bande X, en comparaison au vide et aux autres échantillons de test.



**Figure IV-6** Pourcentage d'absorption effective en fonction de la fréquence.

### III. Paramètres Electromagnétiques

Les mesures de paramètres de dispersion S mesurés sur analyseur de réseaux sont converties en paramètres électromagnétiques (permittivité relative diélectrique et perméabilité relative magnétique) via l'algorithme numérique de Newton-Raphson développé dans le chapitre 2. Les spectres de la permittivité réelle sont illustrés par la figure 4.8. La permittivité réelle renseigne sur l'aptitude des échantillons de matériaux à stocker de l'énergie électromagnétique. On remarque que les nano-composites à base de cobalt et de néodyme montrent les aptitudes de stockage les plus élevées sur une largeur de bande considérable. Le broyage mécanique modifie la microstructure, augmente la surface spécifique et engendre davantage de défauts cristallins, en conséquence, le matériau est plus réactif avec le champ électrique de l'onde électromagnétique.



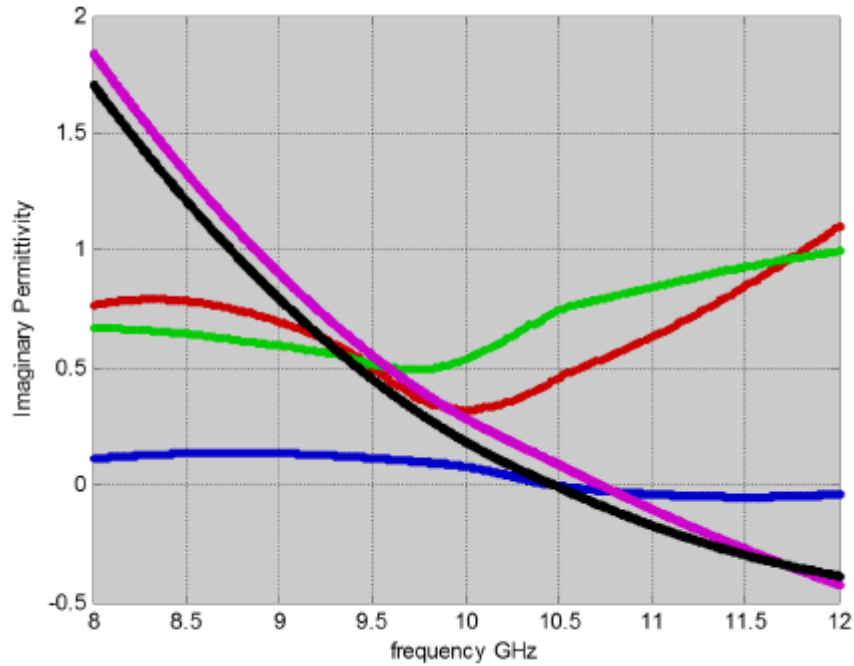
**Figure IV-7** Spectres de la permittivité réelle.

*Bleu : vide, Noir : résine, Magenta : Fer, Rouge : Fe<sub>65</sub>Co<sub>35</sub>, Vert : Fe<sub>63</sub>Co<sub>35</sub>Nd<sub>2</sub>.*

Les spectres de la permittivité imaginaire sont donnés par la figure 4.9. La permittivité imaginaire exprime les pertes diélectriques causées à l'onde électromagnétique lors de sa propagation dans les échantillons de matériaux. On voit que les échantillons à base de Fe<sub>63</sub>Co<sub>35</sub> et Fe<sub>63</sub>Co<sub>35</sub>Nd<sub>2</sub> dominent la partie spectrale supérieure à 10 GHz tandis que la partie inférieure est dominée par le fer et la résine. Les pertes diélectriques sont dues aux phénomènes de polarisation qui ont lieu dans le matériau.

Les dipôles électriques tentent de s'aligner avec le champ électrique, ce qui dissipe de l'énergie électromagnétique.

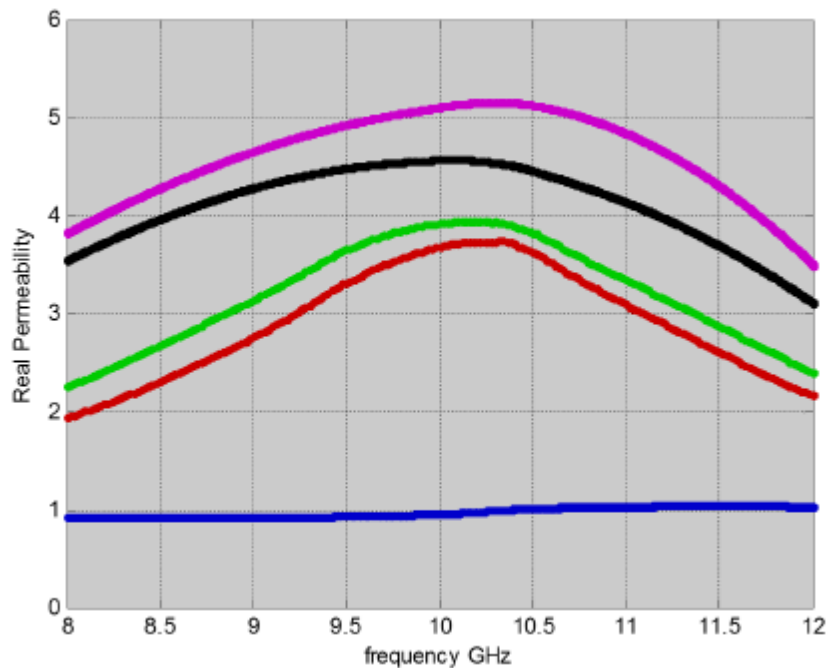




**Figure IV-8** Spectres de la permittivité imaginaire. 85

*Bleu : vide, Noir : résine, Magenta : Fer, Rouge : Fe65Co35, Vert : Fe63Co35Nd2.*

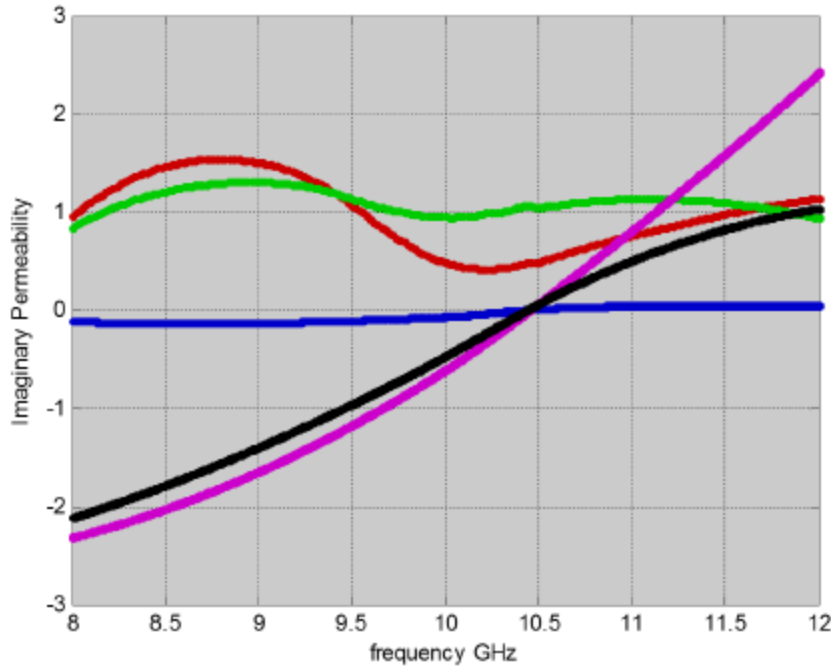
Les spectres de la perméabilité magnétique relative réelle figure 4.10 montrent que le Fer domine la capacité de stockage de l'énergie magnétique. L'ajout des éléments de Cobalt et de Néodyme ainsi que le broyage contribuent à diminuer cette capacité.



**Figure IV-9** Spectres de la perméabilité magnétique réelle

*Bleu : vide, Noir :résine, Magenta : Fer, Rouge : Fe65Co35, Vert : Fe63Co35Nd2.*

En revanche, les pertes magnétiques indiquées via les spectres de la perméabilité magnétique relative imaginaire figure 4.11 s'accroissent grâce à l'ajout des deux substances et la réduction de la taille des cristallites. Les milieux nanostructurés sont plus réactifs avec le champ magnétique, ce qui augmente les pertes dans le milieu.



**Figure IV-10** Spectres de la perméabilité magnétique imaginaire.

*Bleu : vide, Noir :résine, Magenta : Fer, Rouge : Fe65Co35, Vert : Fe63Co35Nd2.*

### IV. Pertes en Réflexion

La combinaison des paramètres électromagnétiques estimés permet d'évaluer les pertes en réflexion des échantillons de matériaux selon la relation suivante appliquée pour un absorbeur à une seule couche [15, 16] :

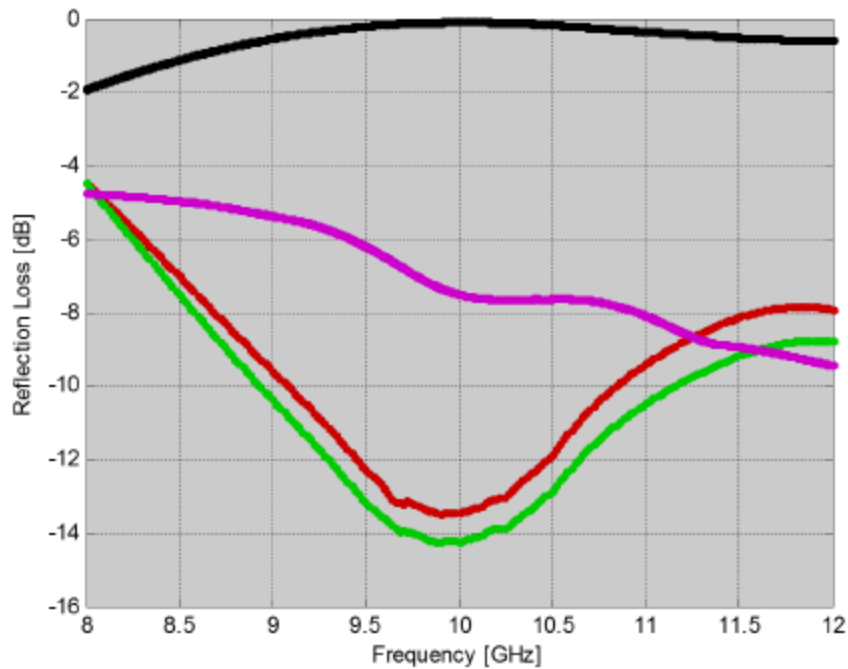
$$R_L = 20 \log \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (2)$$

Avec  $Z_0$  est l'impédance du vide,  $Z_{in}$  est l'impédance d'entrée de l'échantillon de test donnée par :

$$Z_{in} = Z_0 \left( \frac{\mu_r}{\epsilon_r} \right)^{\frac{1}{2}} \tanh \left( j \left( \frac{2\pi f d}{c} \right) (\mu_r \epsilon_r)^{\frac{1}{2}} \right) \quad (3)$$

Où  $f$  est la fréquence du rayonnement électromagnétique,  $d$  est l'épaisseur de l'échantillon de

test ,  $c$  vitesse de la lumière et  $\epsilon_r$  and  $\mu_r$  sont les permittivité et perméabilité relatives estimés.



**Figure IV-11** Spectres des pertes en réflexion.

Noir : résine, Magenta : Fer, Rouge : Fe<sub>65</sub>Co<sub>35</sub>, Vert : Fe<sub>63</sub>Co<sub>35</sub>Nd<sub>2</sub>. Les spectres obtenus figure 4.12 montrent des niveaux de réflexion inférieurs à -10dB sont observés pour les nanocomposites à base de Fe<sub>65</sub>Co<sub>35</sub> et Fe<sub>63</sub>Co<sub>35</sub>Nd<sub>2</sub> sur une large bande qui s'étend de 9 à 11 GHz comparativement au fer pur. La réduction de la taille des cristallites augmente le nombre en surface ce le milieu matériel plus réactif, accompagnée d'un taux plus important de microdéformations favorise plus de dissipation de l'énergie de l'onde électromagnétique. De plus la caractéristique de chauffage du Cobalt et du Neodyme améliore le comportement de ces échantillons exposés à l'action d'un champ électromagnétique.

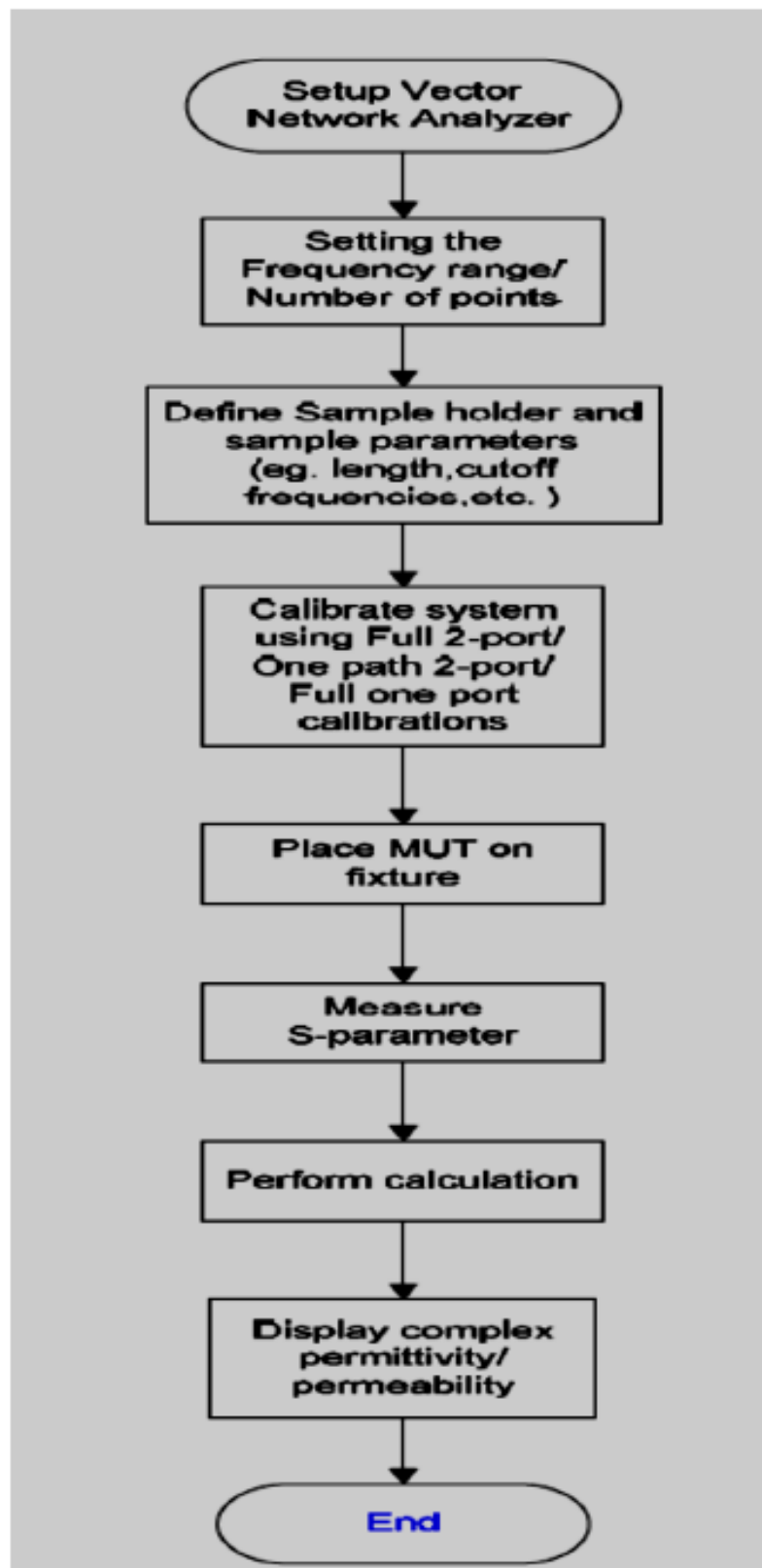


Figure IV-12 Procédure générale pour effectuer la caractérisation électromagnétique.

## ***Conclusion Générale***

### *Conclusion Générale*

Ce travail de recherche a été entrepris dans l'objectif de comprendre les techniques d'appliquées pour la caractérisation des propriétés électromagnétiques des MAM et les théories qui leur sont associées. Durant l'accomplissement de ce travail nous avons pris connaissance du principe de fonctionnement des MAM et de leurs types. Ceci nous a mené à considérer des échantillons de test nano composites composés d'une matrice polymères renforcées par des poudres métalliques nanostructures. Le choix des nanomatériaux est justifié par leur propriétés originales. La technique de Transmission/ Réflexion a été utilisée pour la caractérisation électromagnétique des échantillons de test. Ce choix est dicté par la disponibilité du guide d'ondes métallique avec association d'un analyseur de réseaux et de la forme des échantillons.

L'extraction des propriétés électromagnétiques sur une large bande est un problème difficile et d'actualité à cause des instabilités qui surgissent à cause du mode de propagation dans le guide d'ondes, de l'épaisseur de l'échantillon. La méthode de Newton- Raphson a été choisie parce qu'elle est recommandée dans différentes références bibliographiques pour l'extraction des paramètres de permittivité diélectrique et perméabilité magnétique simultanément dans ces conditions. La méthode reste difficile à implémentée parce qu'elle une pré- connaissances des conditions initiales, en plus certaines divergences peuvent avoir lieu.

Néanmoins, les résultats obtenus par la méthode de Newton- Raphson nous ont permis d'évaluer les spectres des pertes en réflexion des nano- MAM de test sur la bande X (8 12 GHz). Les spectres tracés sont satisfaisants. Ils explicitent l'apport des poudres nanostructurées obtenus par mécano synthèse de matériaux de transition et de terre rare dans l'amélioration de la propriété d'absorption micro- ondes.

## Conclusion Générale

---

### *Perspectives*

En perspectives, d'autres terres- rares peuvent être utilisées, une variation des pourcentages des substances peut mener à d'autres améliorations. Pour améliorer le déroulement de la méthode de Newton- Raphson, on peut associer une méthode de 91 caractérisation électromagnétique résonnante pour avoir des résultats précis à certaines fréquences. Ces valeurs serviront de conditions initiales.

## *Références*



### References

- [1] A. E. Assal, « *Microwave absorbing materials based on epoxy foam loaded with long carbon fibers* », phdthesis, Université de Rennes ; Université Libanaise, 2021. Consulté le: 24 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-03337128>
- [2] M. Quintin, « *Synthèse et caractérisation de nanomatériaux et de nanocomposites, étude de leurs propriétés électrochimique vis à vis de l'insertion du lithium* », phdthesis, Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, 2006. Consulté le: 24 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-00136201>
- [3] M. Amin, « *METHODS FOR PREPARATION OF NANO-COMPOSITES FOR OUTDOOR INSULATION APPLICATIONS* ».
- [4] « *Memoire Online - Méthodes de synthèse des nanomatériaux - Omar BAJJOU* », Memoire Online. Consulté le: 24 juin 2025. [En ligne]. Disponiblesur: <https://www.memoireonline.com/11/12/6461/Methodes-de-synthese-des-nanomateriaux.html>
- [5] « *Carbon-Based Radar Absorbing Materials toward Stealth Technologies* », ResearchGate. Consulté le: 24 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur: [https://www.researchgate.net/publication/374085589\\_Carbon-Based\\_Radar\\_Absorbing\\_Materials\\_toward\\_Stealth\\_Technologies](https://www.researchgate.net/publication/374085589_Carbon-Based_Radar_Absorbing_Materials_toward_Stealth_Technologies)  
[https://www.researchgate.net/publication/374085589\\_Carbon-Based\\_Radar\\_Absorbing\\_Materials\\_toward\\_Stealth\\_Technologies](https://www.researchgate.net/publication/374085589_Carbon-Based_Radar_Absorbing_Materials_toward_Stealth_Technologies)
- [6] « *Microwave Electronics | Wiley Online Books* ». Consulté le: 27 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/book/10.1002/0470020466>
- [7] « *ETL437-Chapitre 7 | PDF | Diélectrique | Condensateur* ». Consulté le: 27 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur: <https://fr.scribd.com/document/77935443/ETL437-Chapitre-7>
- [8] M.Belhaj, « *Spécialité : MICRO ET NANOTECHNOLOGIES, ACOUSTIQUE ET TELECOMMUNICATIONS Par* ».
- [9] K. C. Yaw, « *Measurement of Dielectric Material Properties* ». H. T. E. F. Zakaria, *Caractérisation de la propriété d'absorption*, BLIDA, 2021.

## Références

---

- Z. M. ALI, *Modélisation cinématique d'un broyeur horizontal pour, BLIDA*, 2015.
- N. N. e. B. Abdelmadjid, *Caractérisation de la microstructure des poudres Co-Ni par, MESSILA*, 2023.
- [13] « DRX : L'Art de Caractériser les Matériaux par Diffraction des Rayons X ». Consulté le: 29 juin 2025. [En ligne]. Disponible sur: <https://bplc.fr/drx-diffraction-par-rayon-x-une-technique-danalyse-pour-caracteriser-les-materiaux/>
- [14] M. A. Simon, M. C. Carry, M. F. Thévenot, M. G. L. Caër, et M. A. Mocellin, « Directeur de thèse : Alain MOCELLIN ».
- [15] J.R. Liu, M. Itoh, K.I. Machida, *Electromagnetic wave absorption properties of  $\alpha$ -Fe/Fe<sub>3</sub>B/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites in gigahertz range*, *Applied Physics Letters*, vol.83 (2003)pp4017-4019.
- [16] X. G. Liu, D. Y. Geng, Z. D. Zhang, *Microwave absorption properties of FeCo microspheres self- assembled by Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-coated FeCo nanocapsules*, *Applied Physics Letters*, vol.92(2008):243110.
- [17] M. Gherib. *Université badji mokhtar-annaba. Elaboration et caractérisation des matériaux nanostructurées et leurs propriétés (physiques et mécaniques). Thèse doctorat 2013.*
- [18] P. Rabu, « Nanomatériaux et nanotechnologies : quel nanomonde pour le futur ? ».
- [19] « Chapitre 3 - Chap.3 MATERIAUX DIELECTRIQUES - Chap. MATERIAUX DIELECTRIQUES DEFINITION Les », Studocu. Consulté le: 28 juillet 2025. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.studocu.com/row/document/universite-batna-2/materiaux-elct/chapitre-3-chap3materiaux-dielectriques/53302013>
- [20] « GELE5223 Notes3 | PDF | Impédance (électricité) | Ligne de transmission ». Consulté le: 28 juillet 2025. [En ligne]. Disponible sur: <https://fr.scribd.com/document/406010674/GELE5223-Notes3>
- [21] M. ZAMECHA et M. MOHAMED ALI, « Spécialité : Structure Avion » these intitulé: " Modélisation cinématique d'un broyeur horizontal pour mécanosynthèse " 2015.