



HAL
open science

Propriétés électromagnétiques de nanofils métalliques magnétiques orientés : effets non-réciproques

Jean-François Allaey

► **To cite this version:**

Jean-François Allaey. Propriétés électromagnétiques de nanofils métalliques magnétiques orientés : effets non-réciproques. Matière Condensée [cond-mat]. Université Paris Sud - Paris XI, 2007. Français. NNT : . tel-00290836

HAL Id: tel-00290836

<https://theses.hal.science/tel-00290836>

Submitted on 26 Jun 2008

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

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



THÈSE DE DOCTORAT

SPECIALITE : PHYSIQUE

*Ecole Doctorale « Sciences et Technologies de l'Information des
Télécommunications et des Systèmes »*

Présentée par :

Jean-François ALLAEYS

Sujet :

**PROPRIÉTÉS ÉLECTROMAGNÉTIQUES DE
NANOFILS MÉTALLIQUES MAGNÉTIQUES ORIENTÉS :
EFFETS NON-RÉCIPROQUES**

Soutenue le 28 septembre 2007 devant les membres du jury :

M	Patrick	QUÉFFÉLEC	Rapporteur
Mme	Isabelle	ZAQUINE	Rapporteur
Mme	Isabelle	HUYNEN	Examinatrice
M	Jean-Claude	MAGE	Examineur
M	André	THIAVILLE	Président du Jury
M	Frédéric	PÉTROFF	Directeur de thèse

À la mémoire d'André Salbot.

Remerciements

Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont, par leur concours direct ou indirect, soutenu les travaux réalisés dans cette thèse.

En tout premier lieu, je remercie les personnels de l'Unité Mixte de Physique CNRS/Thales, en particulier Jean-Claude Mage, mon tuteur industriel, Bruno Marcilhac, Frédéric Vandau, Yves Lemaître, et Maurice Poulain pour leurs précieux conseils et leur disponibilité, et Nelly Duverne pour son efficacité.

Je remercie également Alain Friederich d'avoir mis à ma disposition les moyens nécessaires à la bonne réalisation des travaux, et Frédéric Pétroff d'avoir accepté de reprendre la direction de la thèse lors du départ d'Alain Friederich. Je remercie également Albert Fert d'avoir accepté d'être le tuteur scientifique de cette thèse.

Je remercie vivement Patrick Quéffelec et Isabelle Zaquine d'avoir accepté d'examiner mon travail et d'en être les rapporteurs.

Je remercie également André Thiaville d'avoir accepté de présider le jury, et d'avoir apporté son expertise sur l'aspect micromagnétisme du sujet.

Je remercie Isabelle Huynen d'avoir accepté de siéger dans le jury en qualité d'examinateur, mais je tiens également à la remercier ainsi que le reste de l'équipe EMIC, notamment Aimad Saib et Judith Spiegel, pour les nombreuses discussions et les mesures réalisées de concert, ainsi que pour la gentillesse de l'accueil chaleureux dont j'ai bénéficié à chacun de mes séjours à UCL au sein du laboratoire EMIC.

Je remercie vivement les équipes POLY et PCPM de l'UCL, et plus particulièrement Michaël Darques, Luc Piraux, Joaquin de la Torre et Etienne Ferain, pour leur accueil et leur disponibilité lors de mes séjours à UCL, pour m'avoir apporté la réponse à de multiples questions concernant la fabrication, la qualité et les propriétés des membranes. Merci également à Fanny Elhousine de m'avoir transmis le fichier Oommf à partir duquel j'ai pu comprendre le paramétrage 3D de ce logiciel.

Je remercie encore l'équipe du CEA SPEC grâce à laquelle les mesures de pertes magnétiques sur nanofil unique ont pu être réalisées, notamment

Vladimir Naletov, Olivier Klein, et Andreï Leksikov. Les résultats de ces mesures, réalisées avec le concours de PCPM, furent déterminants quant aux conclusions de cette thèse.

Je remercie également l'équipe du laboratoire LNMH de TRT, et plus particulièrement Richard Lebourgeois, pour les nombreuses discussions que nous avons eues, les échantillons de ferrite sur lesquels j'ai pu travailler, pour son aide concernant la validité et les incertitudes des mesures à l'impédancemètre, et pour ses précieuses remarques suite à sa relecture d'une grande partie du manuscrit. Au sein de ce laboratoire, je tiens à remercier également Michel Paté pour ses conseils quant aux mesures de pertes magnétiques sur ferrites, Jean-Pierre Ganne pour son intérêt quant à ma thèse et les calculs d'ordre de grandeur faits sur un coin de table, et bien sûr Daniel Dubreuil pour les nombreux échanges à propos des circulateurs et de leur fonctionnement.

Je remercie aussi Yves Gourdel pour les mesures que j'ai pu réaliser au laboratoire de polissage, et Pierre Lebarney pour les discussions diverses à propos des diélectriques, de la chimie des matériaux et l'influence des procédés de fabrication sur les propriétés des membranes de polymère.

Enfin, je tiens à remercier tout particulièrement Gilles Petit, pour ses inestimables conseils et remarques, son avis extérieur et ses relectures richement commentées et très pertinentes de ce manuscrit, et je lui adresse ainsi qu'à Marie-Laure Martins mes plus sincères remerciements pour le soutien et la disponibilité qu'ils m'ont témoignés tout au long de la thèse. Merci également à Jennifer Morival pour la relecture des articles, merci enfin à Fr. Beau et Alain Proux, et à toutes celles et ceux qui ont accompagné cette thèse.

Table des matières

Couverture	i
Remerciements	v
Table des matières	vii
Valorisation du travail de recherche	xiii
Introduction	1
Notations et définitions	5
1 Fondamentaux	7
1.1 Électromagnétisme	7
1.1.1 Équations de Maxwell	8
1.1.2 Relations constitutives dans le vide	8
1.1.3 Susceptibilité	9
1.1.3.1 Susceptibilité diélectrique	9
1.1.3.2 Susceptibilité magnétique	12
1.1.4 Spin et magnétisme	13
1.1.4.1 Approche expérimentale et épistémologique	13
1.1.4.2 Formules et définitions	14
1.1.5 Matériau magnétique	14
1.1.6 Énergie Zeeman	15
1.1.7 Champs proche et lointain générés par un dipôle non ponctuel	15
1.1.8 Champ interne et facteurs démagnétisants	16
1.1.9 Énergie d'anisotropie magnétocristalline	18
1.1.10 Ferromagnétisme et hystérésis	18
1.1.11 Équation de Landau-Lifshitz-Gilbert	21
1.1.12 Fréquence de résonance ferromagnétique	21
1.1.13 Ondes de spins	27

1.1.14	Temps de relaxation et largeurs de raie	31
1.1.15	Ferrites	32
1.2	Brisure de symétrie de renversement temporel	33
1.3	Modes TE, TM en cylindrique	36
1.3.1	Équations de Maxwell en cylindrique	36
1.3.2	Onde électromagnétique en cavité cylindrique	37
1.4	Circulateurs	38
1.4.1	Théorie des circulateurs	39
1.4.1.1	Généralités sur les hexapôles adaptés	39
1.4.1.2	Cas des circulateurs à jonction Y en constantes réparties	40
1.4.2	Calcul du facteur de qualité à vide Q_0	47
2	État de l'art	49
2.1	Circulateurs	49
2.1.1	Performances et limitations des circulateurs standards	49
2.1.1.1	Performances intrinsèques	49
2.1.1.2	Environnement et intégration	52
2.1.1.3	Intérêt des recherches sur de nouvelles tech- nologies de circulateurs	52
2.1.2	Premier aperçu des technologies utilisées industriellement	53
2.1.3	Circulateur à constantes localisées	53
2.1.4	Ferrites cofritables à basse température	54
2.1.5	Circulateurs en couches minces	56
2.1.6	Circulateurs autopolarisés	58
2.1.7	Circulateurs à ligne couplée à un matériau ferrite (FCL)	58
2.1.8	Circulateurs à film magnétique métallique	58
2.1.9	Inclusions magnétiques dans un diélectrique	59
2.2	Membranes chargées de nanofils	60
2.2.1	Réalisation de membranes chargées de nanofils	60
2.2.1.1	Réalisation de membranes nanoporeuses	60
2.2.1.2	Remplissage des membranes nanoporeuses	62
2.2.2	État des recherches sur les membranes chargées de na- nofils métalliques magnétiques	63
2.2.2.1	Rémanence, porosité et interaction dipolaire	63
2.2.2.2	Fréquence de résonance ferromagnétique	64
2.2.2.3	Pertes magnétiques	64
2.2.2.4	Paramètres diélectriques	64
2.2.3	Dispositif non-réciproque à membranes chargées de na- nofils	66

3	Méthodes de caractérisation des membranes de nanofils	69
3.1	Permittivité diélectrique	70
3.1.1	Compléments sur la modélisation de la permittivité	72
3.1.2	Incertitude sur l'épaisseur	74
3.1.3	Mesures par pont LCR (1 kHz - 1 MHz)	74
3.1.4	Mesures à l'impédancemètre (1 MHz - 1 GHz)	76
3.1.5	Mesures sur lignes (1 GHz - 40 GHz)	79
3.1.6	Mesures en cavité résonante (5 GHz - 20 GHz)	84
3.1.6.1	Objectifs des mesures réalisées et échantillons	84
3.1.6.2	Description du dispositif de mesure	85
3.1.6.3	Principe de la mesure	88
3.1.6.4	Épaisseur des échantillons et mesures en cavité	89
3.1.6.5	Permittivités complexes des différents polymères et influence du procédé <i>track etch</i>	89
3.1.7	Synthèse des mesures de paramètres diélectriques	91
3.1.8	Conclusion sur les propriétés diélectriques	93
3.2	Propriétés magnétiques	95
3.2.1	Métaux et alliages étudiés	95
3.2.2	Propriétés magnétiques statiques	96
3.2.2.1	Modélisations micromagnétiques	96
3.2.2.2	Mesures comparées de cycle d'hystérésis de collections de nanofils magnétiques	99
3.2.3	Propriétés magnétiques dynamiques	103
3.2.3.1	Relation entre les mesures sous champ constant et les mesures à fréquence fixée	104
3.2.3.2	Mesure de pertes magnétiques globales	104
3.2.3.3	Mesures de pertes magnétiques d'un nanofil unique	115
3.2.3.4	Interprétation et discussion sur les mesures	121
3.2.3.5	Champs dipolaires au sein d'une collection de nanofils	121
3.2.3.6	Synthèse sur le champ dipolaire entre nanofils et ses effets macroscopiques	129
3.2.4	Conclusion sur les propriétés magnétiques	130
3.3	Propriétés liées aux plans conducteurs	131
3.3.1	Influence des conducteurs	131
3.3.2	Mesure sur des conducteurs déposés sur les membranes	132
3.3.3	Estimation d'une résistivité efficace	133
3.3.4	Estimation du facteur de qualité dû aux conducteurs dans un circulateur	134
3.3.5	Conclusion	135

3.4	Conclusions sur les méthodes de caractérisation des membranes de nanofils magnétiques	136
4	Applications non-réciproques des membranes de nanofils	139
4.1	Matériau équivalent et tenseur effectif	140
4.1.1	Caractéristiques des membranes chargées et paramètres d'un matériau ferrite	140
4.1.2	Hypothèses	141
4.1.2.1	Permittivité diélectrique	141
4.1.2.2	Saturation	141
4.1.2.3	Facteur de Landé	141
4.1.2.4	Moment magnétique	141
4.1.2.5	Fréquence de résonance ferromagnétique . . .	142
4.1.2.6	Champ interne	142
4.1.3	Tenseur de perméabilité effectif	142
4.2	Performances des circulateurs à membranes de nanofils	143
4.2.1	Complément sur la théorie de circulateurs	143
4.2.1.1	Rappels des formules principales	143
4.2.1.2	Diagramme de fonctionnement d'un circulateur	144
4.2.2	Brisure de symétrie dans des circulateurs à membrane de nanofils	145
4.2.3	Pertes d'insertion des membranes chargées de nanofils .	146
4.3	Architectures non-réciproques à membranes de nanofils	150
4.3.1	Réduction des pertes par un changement d'architecture	150
4.3.1.1	Réduction des pertes conducteurs	150
4.3.1.2	Réduction des pertes magnétiques et diélectriques	152
4.4	Modélisation de dispositifs à membranes de nanofils	153
4.4.1	Modélisation d'une membrane chargée par un matériau ferrite polarisé	154
4.4.1.1	Épaisseur et qualité de métal	154
4.4.1.2	Obtention du paramètre ϵ' par rétroaction . .	154
4.4.1.3	Validation du modèle de matériau ferrite équivalent par la simulation d'un dispositif réel . .	155
4.4.1.4	Influence des divers paramètres	158
4.4.2	Modélisation d'une nouvelle architecture de dispositif non-réciproque à base de membranes chargées.	158
4.5	Mesures de dispositifs	160
4.5.1	Reproductibilité et homogénéité	160
4.5.1.1	Reproductibilité et caractérisation	160
4.5.1.2	Homogénéité	161

4.5.2	Réalisation d'un dispositif de test	163
4.5.3	Validation du dispositif de test	164
4.5.4	Mesures d'architectures de dispositifs à nanofils	166
4.5.4.1	Brisure de symétrie non observée, même sous champ	167
4.5.4.2	Effet non-réciproque sous champ	170
4.5.4.3	Effet non-réciproque même à champ nul	176
4.5.4.4	Conclusion sur les mesures de dispositifs	177
4.6	Conclusions sur les dispositifs de type circulateur à membranes chargées de nanofils magnétiques	179
5	Limites du matériau étudié et perspectives technologiques	181
5.1	Rappels des principaux résultats	181
5.2	Limites des circulateurs à membranes chargées de nanofils magnétiques	183
5.3	Procédés matériaux alternatifs	185
5.3.1	Remplissage d'alumines nanoporeuses	185
5.3.2	Adaptation du procédé LIGA à l'échelle nanométrique	186
5.3.3	P-Beam	187
5.3.4	Block-copolymer	187
5.4	Conclusion générale sur les circulateurs à nanofils métalliques magnétiques orientés	187
	Références bibliographiques	189
A	Compléments de calculs sur les circulateurs	203
A.1	Calculs intermédiaires sur l'hexapôle adapté sans perte	203
A.1.1	Matrice de dispersion unitaire	203
A.2	Équations fondamentales utilisées	204
A.3	Obtention de l'équation de Helmholtz	205
B	Bandes de fréquence	209
C	Performances des circulateurs industriels	211
D	Résultats bruts de mesures en cavité	215
E	Oscillations électromagnétiques en cavité cylindrique	217
E.1	Présentation du problème	217
E.2	Mode TE_{01p} avec p impair (H_z maximal en $z = 0$)	219
E.2.1	Expression des champs	219

E.2.2	Conditions aux limites (rappel : $l = 0, m = 1, n = p$ pour le mode TE_{01p})	220
E.2.3	Calcul de ϵ' et ϵ''	221
E.2.3.1	Estimation de ω_0	221
E.2.3.2	Estimation de Q_0^{-1}	221
E.2.3.3	Calcul de ϵ'	225
E.2.3.4	Calcul de $\tan \delta$	225
F	Codes de calculs micromagnétiques	227
F.1	Codes commerciaux	227
F.2	Codes ouverts - logiciels libres - "open source"	228
G	Paramétrage d'un nanofil composite dans <i>Oomf</i>	229
	Résumé	238
	Abstract	238

Valorisation du travail de recherche

Les travaux réalisés lors de cette thèse ont donné lieu à différents résultats présentés dans les communications suivantes :

Revue internationale à comité de lecture

- [6] Jean-François Allaey, Bruno Marcilhac et Jean-Claude Mage : Influence of track-etching on polycarbonate membrane permittivity. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 40(12) :3714-3717, 2007.

Brevet

- [3] Jean-François Allaey : Circulateur hyperfréquence à surface optimale de nanofils, Brevet français 05 04075, novembre 2006.

Conférence internationale IEEE

- [5] Jean-François Allaey et Jean-Claude Mage : Numerical modelling of unbiased microstrip circulators based on magnetic nanowired substrate : Use of a ferrite-equivalent model. *Microwave Symposium Digest, 2007 IEEE MTT-S International*, pages 703-706, 2007.

Conférences nationales (oral)

- Jean-François Allaey et Jean-Claude Mage : Circulateurs à nanofils magnétiques, *9^{èmes} Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux*, Saint-Étienne, France, 29-31 mars, 2006
- Jean-François Allaey et Jean-Claude Mage : Dispositifs hyperfréquences utilisant des nanostructures magnétiques, *Hypermag 2006*, Tours, France, 1-2 février, 2006.

Conférence nationale (Poster)

- [4] Jean-François Allaey, Andreï Leksikov, Jean-Claude Mage, Vladimir Naletov et Olivier Klein : Largeur du spectre d'absorption d'une collection non périodique de nanofils magnétiques. In *Proc. Colloque Louis Néel 2007*, page Poster N1, Lyon, France, mars 14-16, 2007.

Introduction

Les émetteurs-récepteurs d'ondes électromagnétiques prennent une place croissante dans notre environnement, des téléphones mobiles aux radars intégrés aux véhicules du futur. Ces dispositifs doivent à la fois émettre une onde électromagnétique de forte puissance et détecter un signal de très faible niveau. Les signaux d'émission et de réception peuvent être séparés spatialement, si l'on utilise une antenne d'émission et une antenne de réception. Avec une seule antenne, la séparation peut être fréquentielle, ou temporelle lorsque l'émission et la réception sont alternées dans le temps. Parfois, ces solutions ne sont pas applicables : c'est le cas du radar monostatique, qui émet et reçoit simultanément des signaux de même fréquence mais de niveaux très différents sur la même antenne. Il faut alors aiguiller le signal en fonction de son sens de propagation.

On souhaite que le signal émis se propage de l'émetteur vers l'antenne, et que le signal reçu se propage de l'antenne vers le détecteur. Or dans un tel système, si l'on inverse le cours du temps ($t \rightarrow -t$), aucun signal ne se propage de l'antenne vers le détecteur : le signal émis se dirige en effet dans ce cas de l'antenne vers l'émetteur et le signal reçu du détecteur vers l'antenne. Ainsi, séparer des signaux simultanés qui ne diffèrent que par leur sens de propagation nécessite de briser la symétrie de renversement de temps, c'est le rôle du circulateur. Un tel dispositif peut être utilisé pour protéger une source de puissance : si l'antenne n'est plus adaptée, la puissance réfléchie vers le circuit peut être renvoyée vers une charge et non vers la source, évitant la destruction de celle-ci.

Le coût et la facilité d'intégration des circulateurs sont des paramètres particulièrement critiques dans les radars à antennes actives, composés de plusieurs milliers de modules d'émission-réception, chaque module incorporant un ou plusieurs circulateurs.

Un matériau magnétique polarisé est nécessaire pour briser la symétrie de renversement temporel dans ces dispositifs. Les circulateurs hyperfréquences utilisent actuellement des diélectriques magnétiques à faibles pertes (ferrites, spinelles ou grenats) dans lesquelles l'onde peut se propager tout en interagis-

sant efficacement avec les éléments magnétiques. Ces diélectriques requièrent cependant un champ magnétique de polarisation externe, obtenu par des aimants lourds et volumineux. Ces aimants métalliques sont des matériaux magnétiques polarisés, mais ils ne peuvent pas facilement remplir seuls le rôle actuel des ferrites. En effet, les signaux électromagnétiques ne peuvent se propager dans un métal massif : l'onde ne pénètre le métal que sur une très faible épaisseur (épaisseur de peau) et l'interaction entre l'onde et le métal est alors limitée. Par contre, il est possible d'inclure dans un diélectrique des particules métalliques, dont les dimensions selon la direction de propagation des ondes sont inférieures à l'épaisseur de peau : une onde électromagnétique peut alors se propager et interagir fortement avec les éléments métalliques magnétiques. Idéalement, le choix opportun de la forme et de l'orientation de ces particules permettrait de conserver un moment magnétique à la rémanence proche du moment à saturation, orienté selon un axe connu et identique pour toutes les particules : la polarisation externe n'est plus nécessaire. Une onde électromagnétique peut donc se propager dans un polymère incluant de telles particules, tout en interagissant avec le métal magnétique de celles-ci. Un tel matériau composite permet donc aux systèmes non-réciproques de s'affranchir des aimants de polarisation externe, ce qui constitue un atout majeur par rapport aux circulateurs classiques à ferrites. Un matériau composite correspondant à cette description est réalisé depuis quelques années (à l'Université Catholique de Louvain-La-Neuve, par exemple) : des polymères chargés de nanofils magnétiques orientés autopolarisés.

Dans le cadre de cette thèse, nous nous attachons à comprendre l'origine des pertes et l'influence des différents paramètres matériaux sur les performances des dispositifs à nanofils, à partir d'un premier dispositif présentant un effet non-réciproque. La théorie des circulateurs à ferrite indique quels sont les paramètres matériaux dont la connaissance est indispensable à la conception d'un dispositif. Cela nous conduit à choisir les méthodes de caractérisation des membranes de nanofils magnétiques les plus pertinentes, dans le but de concevoir de nouveaux dispositifs à membranes de nanofils. La compréhension des mécanismes de pertes propres aux membranes de nanofils, ainsi que les valeurs et l'influence des paramètres matériaux mesurés nous permettent de proposer de nouvelles architectures de dispositifs adaptées aux membranes de nanofils, dans le but d'obtenir les meilleures performances possibles avec ces matériaux.

Dans le cadre de cette thèse, toutes les mesures ont été réalisées à température ambiante. Les fréquences focalisant notre attention sont comprises entre 5 et 40 GHz, l'intérêt de Thales pour ces dispositifs étant concentré plus particulièrement autour de la bande X (8 - 12 GHz). Les nanofils utili-

sés sont en matériau magnétique. Les membranes utilisées dans cette thèse ont été réalisées et remplies par les équipes POLY et PCPM de l'Université Catholique de Louvain-La-Neuve, dans le cadre du contrat européen *Nanotemplates*. Parmi les matériaux magnétiques, nous avons choisi d'utiliser le cobalt, le nickel et les alliages de ces métaux avec le fer, qui sont activement étudiés quant à leur électrodéposition et leurs propriétés sous forme de nanofils piégés dans une membrane polymère.

Les bases nécessaires pour appréhender les divers concepts abordés au cours de cette thèse sont tout d'abord rappelées au chapitre 1, puis un panorama des technologies utilisées dans les circulateurs hyperfréquences permet de situer les membranes chargées de nanofils orientés parmi les autres voies de recherche au chapitre 2. Les propriétés connues de ces membranes sont alors rappelées. Des études complémentaires sur la caractérisation du matériau et ses constituants (le polymère d'une part, les nanofils magnétiques d'autre part) au chapitre 3 nous amènent à quantifier la contribution des différents facteurs de pertes, et à déterminer les paramètres utiles à la conception de dispositifs non-réciproque. L'utilisation de ces matériaux dans des dispositifs non-réciproques est discutée au chapitre 4, des solutions permettant de réduire les pertes sont alors proposées et évaluées par simulation ou mesure. Enfin, nous concluons au chapitre 5 sur les limites actuelles des circulateurs à membranes chargées de nanofils magnétiques et sur les perspectives d'amélioration de leurs performances, rendues possibles par l'emploi d'autres technologies avancées.

Notations et définitions

AGFM : *Alternative Gradient Force Magnetometer*. Appareil de mesure de moment magnétique, voir en 3.2.2.2.

CEA : Commissariat à l'Énergie Atomique.

dB (décibel) : exprime un logarithme de rapport de puissances (Bel) multiplié par 10 (décibel). Le coefficient de transmission T peut être exprimé en décibels en fonction de la puissance émise P_e et de la puissance reçue P_r . On a ainsi $T_{(dB)} = 10 \cdot \log_{10} \left(\frac{P_r}{P_e} \right)$.

Diélectrique : on appelle diélectrique un isolant électrique, caractérisé par une permittivité diélectrique.

EMIC Electromagnetics MICrowave Communication : Laboratoire d'hyperfréquences de l'UCL.

Guide d'onde : structure permettant la propagation guidée d'une onde électromagnétique. Le coeur d'un guide d'onde est constitué d'un diélectrique. En hyperfréquences, ce diélectrique peut être de l'air, il est alors entouré d'une structure métallique que l'onde ne peut pas traverser. Pour des diélectriques de permittivité suffisamment élevée et des fréquences suffisamment proches des fréquences optiques, le seul diélectrique central peut suffire.

Microruban (*microstrip*) : une ligne microruban est constituée d'une bande de conducteur fine et plate séparée d'un plan de masse par substrat diélectrique. Au-dessus de la ligne peut se trouver de l'air ou un autre diélectrique. La largeur de la bande de conducteur, l'épaisseur et la permittivité diélectrique du substrat déterminent l'impédance d'une ligne microruban. Voir aussi triplaque.

MRFM : *Magnetic Resonance Force Microscopy*, méthode de mesure locale de moment magnétique, voir en 3.2.3.3.

Paramètres S (*Scattering Parameters*) : Les paramètres S décrivent la réponse d'un système à N-ports à l'application de tensions sur chacun des ports. Ils quantifient ainsi la transmission et la réflexion entre les différents ports d'un dispositif. Le paramètre S_{ij} indique la tension au port i obtenue par l'application d'une tension au port j : il est égal au rapport de la pre-

mière tension par la seconde. La puissance étant proportionnelle au carré de la tension, obtenir les paramètres S en dB revient à multiplier par 20 le logarithme de la valeur obtenue par ratio des tensions. Une réflexion totale sur le port 1 correspond ainsi $S_{11} = 0$ dB (atténuation nulle), tandis qu'une transmission totale du port 1 vers le port 2 se traduit par $S_{21} = 0$ dB et $S_{11} = -\infty$ dB.

PC : Polycarbonate.

PCPM Unité de Physico-Chimie et de Physique des Matériaux : Laboratoire de l'UCL faisant partie du département de sciences des matériaux et des procédés (MAPR).

PI : Polyimide.

POLY Unité de chimie et de physique des hauts POLYMères : Laboratoire de l'UCL faisant partie du département de sciences des matériaux et des procédés (MAPR).

PVDF PolyVinylidène DiFluoride : polymère ferroélectrique.

SPEC ou Service de Physique de l'État Condensé : Service de physique fondamentale, laboratoire du CEA faisant partie du Département de Recherche sur l'État Condensé, les Atomes et les Molécules (DRECAM).

Triplaque (*stripline*) : une ligne triplaque est constituée d'une bande de conducteur fine et plate placée entre deux substrats diélectriques, chaque diélectrique la séparant d'un plan de masse. Les épaisseurs et la nature des deux diélectriques peuvent être identiques ou non. La largeur de la bande de conducteur, l'épaisseur et la permittivité diélectrique des substrats déterminent l'impédance d'une ligne triplaque. Voir aussi microruban.

TRT : Thales Research and Technology.

UCL : Université Catholique de Louvain-La-Neuve.

YIG : *Yttrium Iron Garnet*, ferrite largement utilisé en hyperfréquences.

Chapitre 1

Fondamentaux

Afin de comprendre les dispositifs hyperfréquences non-réciproques, les notions de base d'électromagnétisme sont complétées par un rappel des phénomènes physiques expliquant l'anisotropie ou la non-linéarité de la réponse des matériaux aux excitations électromagnétiques. L'effet des champs démagnétisants et de la structure cristalline est quantifié. Le ferromagnétisme à l'origine de la brisure de symétrie de renversement temporel est présenté, l'équation phénoménologique de Landau-Lifshitz-Gilbert permet alors de déterminer la fréquence de résonance ferromagnétique, et d'obtenir le tenseur régissant les propriétés magnétiques du matériau à partir des éléments précédents. Les phénomènes magnétiques à l'échelle atomique sont ensuite évoqués, afin d'introduire la notion d'ondes de spins et de définir les différentes largeurs de raies à prendre en compte dans un matériau non-réciproque. Largement utilisés dans les dispositifs non-réciproques, les matériaux ferrites sont enfin brièvement présentés, leurs principales caractéristiques utiles à la réalisation d'un dispositif non-réciproque sont rappelées. La brisure de renversement temporel est présentée à partir de l'expression du tenseur de perméabilité. Les principes de base régissant le fonctionnement des circulateurs à jonction sont rappelés : ils sont appliqués aux dispositifs à membranes chargées de nanofils magnétiques au chapitre 4.

1.1 Électromagnétisme

Les théories de l'électrostatique, de l'électrodynamique et du magnétisme ont été unifiées en 1873 par J.C. Maxwell et à la suite de ces travaux la forme actuelle a été définie par Gibbs et Heavyside en 1884 en faisant appel aux notions de champs et d'inductions électriques et magnétiques.

1.1.1 Équations de Maxwell

Les ondes électromagnétiques sont régies par les relations de Maxwell :

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (1.1)$$

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad (1.2)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{E} = \rho \quad (1.3)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0 \quad (1.4)$$

1.1.2 Relations constitutives dans le vide

Dans le vide, champ et induction pourraient être confondus, sous réserve de choisir un système d'unités adéquat. La notion d'induction permet de rendre compte de la réponse d'un volume de matière à un champ donné. Dans la pratique, le système d'unités SI a choisi de définir une perméabilité et une permittivité pour le vide.

\vec{B} et \vec{H} sont reliés par la relation :

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} \quad (1.5)$$

où \vec{H} est exprimé en ampères par mètre $A \cdot m^{-1}$ et \vec{B} en teslas T dans le système SI, avec

$$\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} H \cdot m^{-1} \quad (1.6)$$

définissant la perméabilité magnétique du vide.

De la même façon dans le vide \vec{D} et \vec{E} sont reliés par la relation :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} \quad (1.7)$$

où \vec{E} est exprimé en volts par mètre $V \cdot m^{-1}$ et \vec{D} en coulombs par mètre $C \cdot m^{-1}$ dans le système SI.

Le produit $\epsilon_0 \mu_0$ est égal à l'inverse du carré de la vitesse de la lumière dans le vide, c , mesurée dans le système MKS à l'origine du système SI. On peut donc calculer ϵ_0 à partir des constantes μ_0 et c :

$$\epsilon_0 = \frac{1}{\mu_0 \cdot c^2} \quad (1.8)$$

où ϵ_0 est exprimé en farads par mètre $F \cdot m^{-1}$.

Les valeurs de ϵ_0 et μ_0 conduisent à introduire la notion d'impédance du vide

$$Z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} \approx 120\pi \Omega$$

qui attribue au vide des propriétés spécifiques.

Remarque : dans le domaine du magnétisme, le système CGS est encore largement utilisé, notamment par les Anglo-saxons :

- H y est exprimé en oersted Oe , avec $1Oe = \frac{1000}{4\pi} A \cdot m^{-1}$
- B en gauss G , avec μ_0 égal à l'unité, et $1G = 10^{-4} T$

1.1.3 Susceptibilité

En présence de matière, les interactions entre les ondes électromagnétiques et la matière peuvent être traitées de façon globale en introduisant les notions de susceptibilités, qui rendent compte de la réponse macroscopique d'un volume de matière à un champ électromagnétique.

1.1.3.1 Susceptibilité diélectrique

Lorsque l'on applique un champ électrique sur un matériau, une force s'exerce sur les électrons et les ions du matériau.

Dans le cas d'un métal, les électrons peuvent se déplacer facilement, et les charges sont en mouvement tant que le champ externe est appliqué. Lorsque les électrons ne peuvent quitter facilement le voisinage de l'ion auquel ils sont rattachés, le nuage électronique peut seulement se déformer sous un champ électrique : le barycentre du nuage électronique est alors décalé par rapport à sa position au repos, mais les électrons restant liés au site atomique, cette position fixe est conservée tant que le champ externe est appliqué. Les ions eux-mêmes peuvent se déplacer légèrement autour de leur position d'équilibre, et si d'autres structures à l'échelle microscopique sont polarisées, ces structures entières peuvent tendre à se réorienter sous l'application du champ électrique.

À l'échelle macroscopique, les déplacements et réorientations sont perçus comme un champ électrique global répondant au champ appliqué.

Dans le cas où le matériau est isotrope, on peut définir une susceptibilité scalaire χ_e telle que la polarisation \vec{P} résultant d'un champ électrique \vec{E} appliqué vaut

$$\vec{P} = \epsilon_0 \chi_e \vec{E} \tag{1.9}$$

La relation entre \vec{D} et \vec{E} s'écrit alors $\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P}$. On peut alors introduire la notion de permittivité relative $\epsilon_r = 1 + \chi_e$, ce qui aboutit à

$$\vec{D} = \epsilon_0 \epsilon_r \vec{E} \quad (1.10)$$

La permittivité diélectrique ϵ_r relative est définie par rapport à celle du vide, ϵ_0 , tel que leur produit ϵ_{absolu} vérifie $\vec{D} = \epsilon_{absolu} \vec{E}$.

La valeur de susceptibilité peut être complexe $\chi_e = \chi'_e - j\chi''_e$, il en est par conséquent de même pour la permittivité. On définit ainsi ϵ' et ϵ'' tels que

$$\epsilon = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (1.11)$$

L'angle de perte δ est souvent préféré à ϵ'' pour caractériser les matériaux, il est défini par

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (1.12)$$

La polarisation résulte du champ électrique appliqué et ne peut anticiper un champ qui sera appliqué. Un tel système linéaire causal stationnaire vérifie les relations de Kramers Krönig :

$$\chi'(\omega) = \frac{1}{\pi} P \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\chi''(u)}{u - \omega} du \quad (1.13)$$

$$\chi''(\omega) = -\frac{1}{\pi} P \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\chi'(u)}{u - \omega} du \quad (1.14)$$

ce qui peut se ramener, avec $\chi'(-\omega) = -\chi'(\omega)$ et $\chi''(-\omega) = \chi''(\omega)$:

$$\chi'(\omega) = \frac{2}{\pi} P \int_0^{\infty} \frac{u\chi''(u)}{u^2 - \omega^2} du$$

$$\chi''(\omega) = -\frac{2}{\pi} P \int_0^{\infty} \frac{\omega\chi'(u)}{u^2 - \omega^2} du$$

Les relations de Kramers Krönig et les lois physiques impliquent que les susceptibilités peuvent s'exprimer comme des sommes de fonctions rationnelles complexes du premier degré (relaxation) ou du second degré (résonance), et que les variations observées sur $\chi'_e(f)$ correspondent à un pic sur $\chi''_e(f)$. Cela signifie que les pertes diélectriques sont très fortes lorsque ϵ' varie brutalement.

D'après les théories physiques [19, 57], les différentes contributions à la susceptibilité interviennent sur des plages de fréquence différentes, comme représenté figure 1.1.

La contribution dipolaire à la susceptibilité est importante dans les liquides, car les molécules peuvent s'orienter librement. Dans le cas d'un solide,

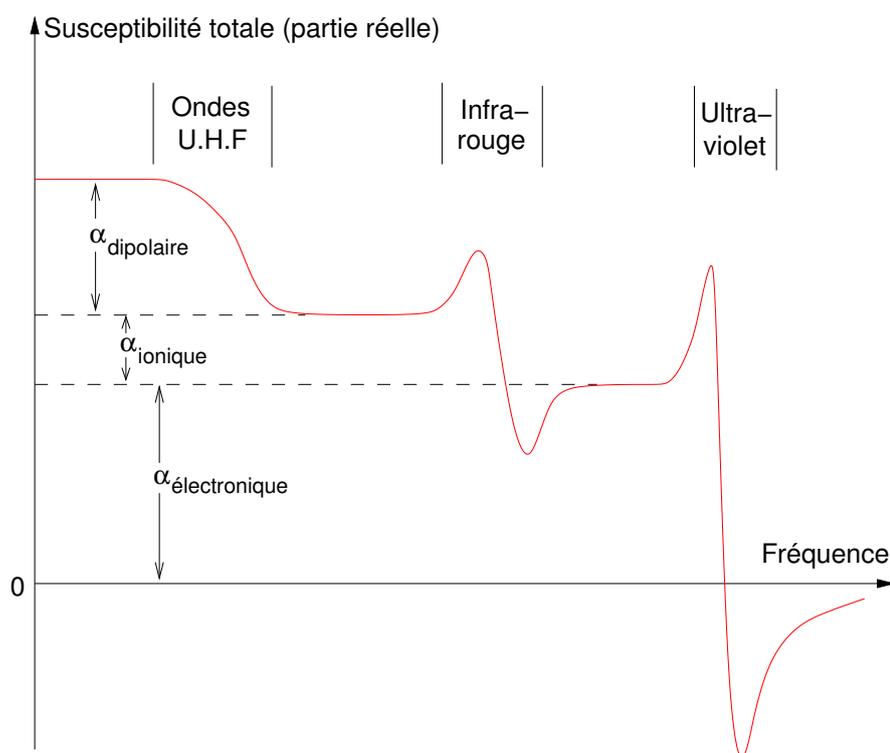


FIG. 1.1: Susceptibilité en fonction de la fréquence (d'après [57]). Plus la susceptibilité est grande, plus ϵ' est élevé. Jusqu'à la résonance infrarouge, ces quantités décroissent ou sont stables lorsque la fréquence augmente.

cette contribution est généralement suffisamment faible pour pouvoir être négligée : *la permittivité est donc pratiquement constante pour les fréquences inférieures à la résonance infrarouge*, et en particulier dans le domaine des gigahertz, qui nous intéresse. Dans le cas des polymères, les liaisons chimiques sont principalement covalentes. Une éventuelle contribution dipolaire peut résulter de l'orientation de molécules, comme dans le cas du PVDF (PolyVinylidene DiFluoride : polymère ferroélectrique), mais cette contribution est négligeable dans les polymères essentiellement covalents, tels que le polycarbonate. La contribution ionique étant généralement faible, les valeurs de permittivité sont dues essentiellement à la polarisation électronique et donc typiquement de l'ordre de 3. Les imperfections structurelles conduisent néanmoins à des valeurs de χ_e'' qui, tout en restant très inférieures à l'unité, ne sont pas forcément négligeables, et peuvent atteindre 10^{-3} à quelques 10^{-2} .

Dans un matériau anisotrope, toutes les directions de l'espace ne présentant pas les mêmes caractéristiques. χ_e est alors un tenseur, ce qui permet de rendre compte de la biréfringence qui caractérise certains cristaux. Il en est alors de même pour ϵ , ce qui donne :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{\epsilon} \vec{E} \quad (1.15)$$

Enfin, dans les cas particuliers où \vec{D} ne varie pas en proportion du champ appliqué \vec{E} , on parle de matériaux non-linéaires.

Notons que la constante diélectrique relative de l'air à température ambiante est très voisine de 1. Les mesures au cours de cette thèse ont été réalisées à température ambiante, ce qui est également la température d'utilisation souhaitée des dispositifs non réciproques, c'est pourquoi par la suite la constante diélectrique de l'air sera désormais assimilée à celle du vide. Cette simplification n'est plus possible si l'on s'intéresse à des mesures à basses températures.

1.1.3.2 Susceptibilité magnétique

Si les propriétés diélectriques peuvent s'exprimer de manière relativement simple, il n'en va pas de même des propriétés magnétiques, qui mettent en jeu des phénomènes beaucoup plus complexes :

- spin
- mouvements orbitaux
- domaines magnétiques
- courants de Foucault

En première approximation, par analogie avec les propriétés diélectriques, on peut définir une susceptibilité magnétique scalaire χ :

$$\vec{M} = \chi \vec{H}$$

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) \quad (1.16)$$

Cette formulation permet de traiter le cas des matériaux dits “doux”, à basse fréquence. Cependant, même à basse fréquence la plupart des matériaux présentent une réponse non-linéaire, avec l’existence d’un cycle d’hystérésis, et à fréquence élevée la susceptibilité prend une forme tensorielle.

L’induction B au sein d’un matériau de géométrie donnée, exposé à un champ H , dépend de la nature du matériau.

$$\vec{M} = \overline{\chi} \vec{H} \quad (1.17)$$

où $\overline{\chi}$ est le tenseur de susceptibilité magnétique.

On peut alors définir μ_r la perméabilité relative du matériau :

$$\overline{\mu_r} = 1 + \overline{\chi} \quad (1.18)$$

de sorte que

$$\vec{B} = \mu_0 \overline{\mu_r} \vec{H} \quad (1.19)$$

1.1.4 Spin et magnétisme

1.1.4.1 Approche expérimentale et épistémologique

Les phénomènes magnétiques sont connus depuis longtemps, mais la théorie physique correspondante est récente.

En 1896, Peter Zeeman découvre que les raies spectrales d’une source de lumière sont modifiées par l’application d’un champ magnétique. Une raie donne naissance à un nombre impair de raies (effet Zeeman ordinaire), ou à un nombre pair (effet Zeeman anormal, qui sera expliqué quelques années plus tard par le spin de l’électron).

En 1920, Otto Stern et Walther Gerlach envoient un faisceau d’atomes d’argent à travers un champ magnétique très inhomogène. En l’absence de champ magnétique, les impacts forment une tache unique. En présence du champ, selon la théorie classique les impacts devraient être distribués entre des positions extrêmes, la plus forte densité d’impact devrait se situer au milieu des positions d’impact correspondant aux valeurs extrêmes, soit la position de la tâche observée en l’absence de champ. Or il n’en est rien : deux tâches distinctes sont observées, et aucune tâche là où se concentraient les impacts en l’absence de champ. Si l’on change l’orientation angulaire du champ magnétique, on observe toujours le même motif.

En janvier 1925, Ralph Krönig propose le concept de spin de l’électron, analogue à un opérateur de moment cinétique qui a pour valeurs propres $\pm \frac{1}{2}$ en unités de quantum d’action \hbar . Il le présente à Pauli qui est en train de

formuler le “principe d’exclusion de Pauli”, qui stipule que deux électrons ne peuvent occuper le même état quantique. La notion de spin de l’électron est tout d’abord rejetée par Pauli, mais elle est proposée à nouveau peu de temps après par Uhlenbeck et Goudsmit. L’introduction du spin de l’électron permet en effet de simplifier la théorie de Pauli publiée en 1925, par le choix de nombres quantiques plus appropriés. Pauli établit finalement sa théorie du spin en 1927.

En 1928, afin de pouvoir appliquer l’invariance de Lorentz à la mécanique quantique, l’équation de Schrödinger doit être remplacée par l’équation de Klein-Gordon. Cette dernière est du deuxième ordre en temps, tandis que l’équation d’évolution doit être du premier ordre. Dirac introduit alors un formalisme de fonctions d’onde à quatre composantes permettant de “factoriser” l’équation de Klein-Gordon, ce qui résout le problème d’ordre et fait apparaître conjointement la notion d’anti-particule et de spin. Sans cette notion de spin, la mécanique quantique ne peut vérifier l’invariance de Lorentz.

1.1.4.2 Formules et définitions

Le magnéton de Bohr μ_B est défini [57] comme étant l’unité de moment cinétique par :

$$\mu_B = \frac{e\hbar}{2m} \quad (1.20)$$

où e est la charge de l’électron, m la masse de l’électron. Il est égal au moment magnétique de spin d’un électron libre¹.

On définit le rapport gyromagnétique

$$\gamma = \frac{g \cdot e}{2 \cdot m}$$

où g est le facteur de Landé. $g = 2$ pour un spin électronique [57], on trouve alors

$$2\pi\gamma = 28 \text{ GHz} \cdot \text{T}^{-1}$$

1.1.5 Matériau magnétique

Du point de vue magnétique, trois comportements de la matière peuvent être distingués [57, 61] :

- le diamagnétisme ($\chi < 0$),
- le paramagnétisme ($\chi = \frac{C}{T}$ avec C constante de Curie),

¹Il existe aussi un spin nucléaire, qui ne sera pas utilisé dans le cadre de cette thèse.

- le ferromagnétisme ($\chi = \frac{C}{T-T_C}$ pour $T > T_C$, et $M(H)$ présente un cycle d'hystérésis pour $T < T_C$: pour un champ H fixé, la valeur d'aimantation M dépend de l'état précédent du système et pas seulement de la valeur du champ H).

Les électrons sont à l'origine de ces comportements. La variation de leur mouvement orbital contribue au diamagnétisme, en s'opposant au champ magnétique appliqué. À l'inverse, leur spin s'oriente selon le champ appliqué, ce qui est à l'origine soit du paramagnétisme (en l'absence de couplage), soit du ferromagnétisme (apparition d'un ordre par énergie d'échange).

1.1.6 Énergie Zeeman

Le déplacement d'une charge électrique selon une boucle fermée engendre un champ magnétique (cas simplifié du mouvement orbital de l'électron) : ce déplacement crée un dipôle magnétique. Le spin de l'électron peut être considéré également comme un dipôle magnétique, comparable au précédent.

L'énergie d'un dipôle \vec{m} placé dans un champ magnétique \vec{H} s'écrit :

$$E_Z = -\mu_0 \cdot \vec{m} \cdot \vec{H} \quad (1.21)$$

Cette énergie est donc minimale lorsque le dipôle est aligné selon la direction du champ magnétique et dans le même sens que celui-ci.

1.1.7 Champs proche et lointain générés par un dipôle non ponctuel

Considérons un cylindre de matériau magnétique de rayon r , d'aimantation \vec{M} orientée selon l'axe du cylindre. On définit les points z_{max} et z_{min} situés sur l'axe, et marquant les extrémités du cylindre. Le champ statique généré par le cylindre en un point P est

$$\vec{H}_{(P)} = -\vec{\nabla} \phi_{(P)}$$

où ϕ est un potentiel scalaire d'expression

$$\phi_{(P)} = \frac{1}{4\pi} \pi r^2 M \left(\frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right) \quad (1.22)$$

avec R_1 et R_2 les distances du point P aux points z_{min} et z_{max} respectivement.

Si la distance L entre z_{max} et z_{min} est petite devant r , avec R_1 et R_2 très voisins, on se ramène alors au cas du dipôle ponctuel. En notant R la

distance du point P au centre O du cylindre, et θ l'angle $\left(\overrightarrow{z_{max}z_{min}}, \overrightarrow{OP}\right)$:

$$\overrightarrow{H_{(P)}} = \frac{1}{4\pi} \pi r^2 M \cdot L \cdot \left(\frac{2 \cdot \cos \theta}{R^3} \overrightarrow{u_R} + \frac{\sin \theta}{R^3} \overrightarrow{u_\theta} \right) \quad (1.23)$$

1.1.8 Champ interne et facteurs démagnétisants

Si l'on place deux dipôles magnétiques m_1 et m_2 libres en rotation à distance fixée l'un de l'autre, générant les champs \overrightarrow{H}_1 et \overrightarrow{H}_2 respectivement, ils tendront à s'orienter de manière à minimiser l'énergie globale du système $E = -\mu_0 \cdot \overrightarrow{m}_1 \cdot \overrightarrow{H}_2 = -\mu_0 \cdot \overrightarrow{m}_2 \cdot \overrightarrow{H}_1$: la configuration minimisant l'énergie est celle où l'aimantation est colinéaire au segment qui relie les centres des dipôles, et orientée dans le même sens pour les deux dipôles. L'interaction dipolaire globale au sein d'un matériau n'est pas atténuée avec la distance². Ainsi dans un matériau de forme donnée, les moments magnétiques tendent à s'aligner selon la plus grande dimension. Dans le cas d'un ellipsoïde, on peut définir un tenseur déterminé par la forme du matériau :

$$\overline{\overline{N}} = \begin{pmatrix} N_x & N_{yx} & N_{zx} \\ N_{xy} & N_y & N_{zy} \\ N_{xz} & N_{yz} & N_z \end{pmatrix} \quad (1.24)$$

Le calcul des termes du tenseur dans le cas général de l'ellipsoïde a été publié par Osborn en 1945 [75].

Ce tenseur est tel qu'à l'intérieur d'un échantillon de matière de forme macroscopique donnée, soumis à un champ externe appliqué H_a , le champ interne H_i vaut

$$\overrightarrow{H}_i = \overrightarrow{H}_a - \overline{\overline{N}} \overrightarrow{M} \quad (1.25)$$

avec $\overrightarrow{M} = \overline{\overline{\chi}} \cdot \overrightarrow{H}_i$, soit

$$\begin{aligned} (1 + \overline{\overline{N}} \overline{\overline{\chi}}) \overrightarrow{H}_i &= \overrightarrow{H}_a \\ \overrightarrow{M} &= \overline{\overline{\chi}} (1 + \overline{\overline{N}} \overline{\overline{\chi}})^{-1} \overrightarrow{H}_a \end{aligned}$$

Ce qui donne

$$\overrightarrow{B} = \mu_0 (1 + \overline{\overline{\chi}}) \overrightarrow{H}_i \quad (1.26)$$

$$\overrightarrow{B} = \mu_0 (1 + \overline{\overline{\chi}}) (1 + \overline{\overline{N}} \overline{\overline{\chi}})^{-1} \overrightarrow{H}_a \quad (1.27)$$

²Le champ généré par un dipôle quasi ponctuel varie en $\frac{1}{r^3}$, mais le nombre de dipôles n_d dont l'effet doit être pris en compte croît avec la distance r considérée, on a $n_d \propto r^3$.

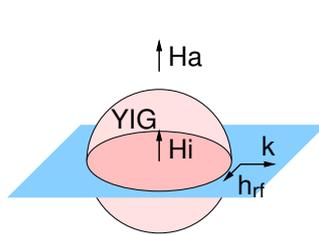
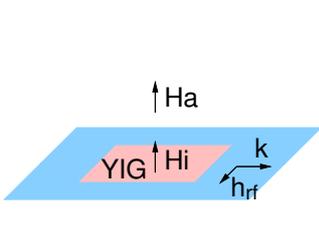
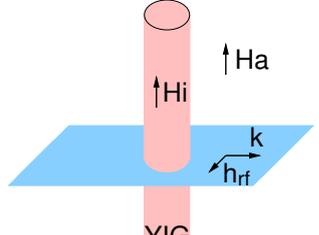
Pour un tenseur diagonal et un champ appliqué suivant l'axe \vec{z} , on a :

$$H_{a(A \cdot m^{-1})} = \frac{B_{0(T)}}{\mu_{0(H \cdot m^{-1})}} \text{ (SI)}$$

$$H_{i(A \cdot m^{-1})} = H_{a(A \cdot m^{-1})} - N_z \cdot M_{s(A \cdot m^{-1})} \text{ (SI)}$$

Lorsque le champ est appliqué selon un axe principal de l'ellipsoïde, les termes non diagonaux du tenseur N s'annulent. Les valeurs de N sont données pour les formes usuelles dans le tableau 1.1.

De manière plus générale, la résolution des équations de Maxwell et des relations de continuité aux interfaces permet d'obtenir le champ interne. Ainsi dans les logiciels de résolution par éléments finis, l'effet démagnétisant n'a pas à être introduit de manière explicite puisque le calcul prend déjà en compte toutes les relations nécessaires au calcul du champ interne (dans la mesure où le matériau défini dans la simulation a la même géométrie et les mêmes paramètres diélectriques et magnétiques que le matériau réel, ce qui n'est pas le cas au chapitre 4).

Sphère 	Plan 	Cylindre 
		
$N_x = \frac{1}{3}$ $N_y = \frac{1}{3}$ $N_z = \frac{1}{3}$	$N_x = 0$ $N_y = 0$ $N_z = 1$	$N_x = \frac{1}{2}$ $N_y = \frac{1}{2}$ $N_z = 0$
$H_i = H_a - \frac{1}{3}M_s$	$H_i = H_a - M_s$	$H_i = H_a$
$H_a = H_i + \frac{1}{3}M_s$	$H_a = H_i + M_s$	$H_a = H_i$
$\omega_{FMR} = \gamma\mu_0 H_a$	$\omega_{FMR} = \gamma\mu_0 (H_a - M_s)$	$\omega_{FMR} = \gamma\mu_0 (H_a + \frac{1}{2}M_s)$
$\omega_{FMR} = \gamma\mu_0 (H_i + \frac{1}{3}M_s)$	$\omega_{FMR} = \gamma\mu_0 H_i$	$\omega_{FMR} = \gamma\mu_0 (H_i + \frac{1}{2}M_s)$

TAB. 1.1: Facteurs démagnétisants et fréquence de résonance ferromagnétique de volumes usuels : géométrie, facteurs démagnétisants (S.I.), champ interne H_i , champ appliqué H_a , fréquence de résonance ferromagnétique fonction de H_a , puis de H_i .

1.1.9 Énergie d'anisotropie magnétocristalline

À l'échelle atomique, la structure cristalline définit des directions privilégiées de l'aimantation. L'énergie d'anisotropie est minimale lorsque le moment est orienté selon une direction cristalline de plus facile aimantation. Dans le cas général, l'énergie d'anisotropie magnétocristalline dépend de l'angle du moment avec les axes de facile aimantation (ou de difficile aimantation). Pour une anisotropie uniaxiale (exemple : structure hcp, *hexagonal closed-packed*), l'énergie correspondante s'écrit

$$E_K = K_1 \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta + \dots \quad (1.28)$$

où θ désigne l'angle que fait l'aimantation avec l'axe. Des valeurs positives de K_1 tendent à faciliter l'aimantation selon l'axe : on parle alors d'axe de facile aimantation. Des valeurs négatives facilitent l'aimantation dans le plan perpendiculaire à l'axe : on parle alors d'axe de difficile aimantation.

Pour une anisotropie cubique (exemple : structure fcc *face-centered cubic*), l'énergie correspondante s'écrit

$$E_{K_{fcc}} = K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \quad (1.29)$$

où α_i est le cosinus de l'angle formé par le moment avec le vecteur \vec{u}_i , les vecteurs $\vec{u}_1, \vec{u}_2, \vec{u}_3$ formant une base orthonormée orientée selon les directions de facile aimantation (ou difficile aimantation) du cristal.

Les valeurs de K_1 sont données dans le tableau 1.2 pour les principaux matériaux utilisés dans le cadre de cette thèse.

	<i>Ni</i> fcc	<i>Ni</i> ₈₀ <i>Fe</i> ₂₀ fcc	<i>Co</i> hcp
K_1	$-4,5 \times 10^3 J \cdot m^{-3}$	$-2 \times 10^3 J \cdot m^{-3}$	$5,3 \times 10^5 J \cdot m^{-3}$

TAB. 1.2: Valeurs de K_1 pour le nickel, le cobalt et l'alliage *Ni*₈₀*Fe*₂₀, d'après [27].

1.1.10 Ferromagnétisme et hystérésis

Pour un matériau ferromagnétique, l'application d'un champ magnétique suffisamment fort permet d'orienter tous les spins selon la direction du champ (par l'interaction Zeeman), et ainsi d'obtenir un moment maximal dit moment à saturation M_S , qui reste constant lorsque l'on augmente encore le champ (figure 1.2).

Lorsque l'on diminue le champ jusqu'à revenir à un champ nul, l'aimantation passe de M_S à M_R , avec $M_R \leq M_S$, où M_R est appelé moment à la

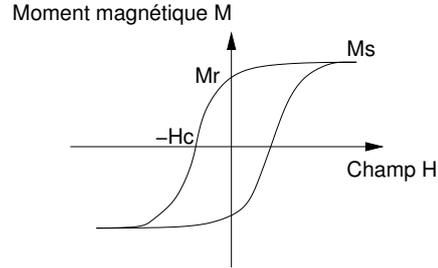


FIG. 1.2: Exemple de cycle d'hystérésis sur un matériau ferromagnétique. La pente en $(-H_c, 0)$ dépend de la forme de l'échantillon.

rémanence. Si l'on diminue le champ jusqu'à obtenir une aimantation nulle, on atteint $M = 0$ pour une valeur de champ $H = -H_c$ où H_c est appelé champ coercitif. Lorsque H_c est non nul, l'aimantation dépend de l'historique du champ et non plus seulement du champ H appliqué : la réponse $M(H)$ est hystérétique.

Le modèle simple de Stoner Wohlfarth [101] permet de comprendre le phénomène d'hystérésis, il est présenté ci-dessous car il permet d'obtenir une première estimation rapide du champ coercitif à partir des paramètres du matériau et de la forme de l'échantillon.

Dans le cas d'une anisotropie uniaxiale avec un axe de facile aimantation, l'énergie d'anisotropie magnétocristalline s'écrit en première approximation :

$$E_K = K \cdot \sin^2 \theta \quad (1.30)$$

Un champ magnétique \vec{H}_0 est appliqué sur l'échantillon de moment magnétique à saturation M_S , selon un angle θ_0 par rapport à l'axe de facile aimantation.

On définit alors un champ d'anisotropie H_U

$$H_U = \frac{2K}{\mu_0 M_S} \quad (1.31)$$

L'énergie magnétocristalline étant la même sur tout le cône d'angle θ d'après (1.30), la génératrice de moindre énergie pour θ fixé est déterminée par l'énergie Zeeman, ce qui implique que \vec{H}_0 et \vec{M}_S sont coplanaires. θ et θ_0 permettent alors de définir complètement l'orientation relative des vecteurs par rapport à l'axe d'anisotropie.

L'énergie globale s'écrit alors

$$E = \mu_0 \frac{M_S}{2} (H_U \cdot \sin^2 \theta - 2H_0 \cdot \cos(\theta_0 - \theta)) \quad (1.32)$$

Si $K > 0$, un fort champ d'anisotropie implique qu'un champ externe plus important est nécessaire pour minimiser $\theta_0 - \theta$. Si $\theta_0 = \pi$ et $\theta < \pi/2$, la dérivation partielle de E par rapport à θ indique que l'application d'un champ $H_0 > H_U$ est nécessaire pour changer le signe de la composante de M_S selon z . Le champ coercitif est égal à $\frac{2K}{\mu_0 M_S}$ dans ce modèle.

Dans le cas d'un ellipsoïde de révolution d'axe principal \vec{z} avec $N_x = N_y$, il convient d'introduire une énergie supplémentaire E_S pour tenir compte de l'anisotropie de forme

$$E_S = \frac{1}{2} \mu_0 M_S^2 (N_z \cdot \cos^2 \theta + N_x \cdot \sin^2 \theta) \quad (1.33)$$

Pour un plan normal à \vec{z} (configuration usuelle des ferrites dans les dispositifs circulateurs) on a alors (tableau 1.1) :

$$E_S = \frac{1}{4} \mu_0 M_S^2 \cos^2 \theta$$

ce qui donne

$$H_c = H_U - \frac{M_S}{2} \quad (1.34)$$

et pour un cylindre d'axe \vec{z} (configuration des nanofils métalliques utilisés dans cette thèse) :

$$E_S = \frac{1}{4} \mu_0 M_S^2 \sin^2 \theta$$

ce qui donne

$$H_c = H_U + \frac{M_S}{2} \quad (1.35)$$

Même lorsque K est nul ou faiblement négatif, H_c ne s'annule pas dans le cas d'un cylindre. Avec ce modèle simple, il apparaît qu'augmenter K et M_S permet d'augmenter le champ coercitif.

Ce modèle prédit un champ coercitif plus important pour un échantillon cylindrique que pour un échantillon plan ou sphérique, ce qui correspond à ce qui est observé usuellement.

Le modèle de Stoner Wohlfarth est très simplifié, dans la mesure où l'aimantation est supposée cohérente dans tout le volume de l'échantillon, mais reste néanmoins utile pour une comparaison rapide et qualitative de champ coercitif. D'autres modes de renversement global sont possibles ("curling", "buckling" par exemple). Par ailleurs la présence de domaines magnétiques séparés par des parois n'est pas prise en compte, or l'énergie de nucléation de domaines magnétiques et de déplacement de parois intervient généralement dans le phénomène de renversement d'aimantation. Il faut alors utiliser

un modèle plus précis tenant compte de ces énergies. De tels modèles sont indispensables pour expliquer le renversement d'aimantation dans les nanofils magnétiques [39, 50, 107, 115, 117, 118]. Dans le cadre de cette thèse, les calculs seront réalisés à l'aide d'un logiciel dédié au micromagnétisme, ce qui permet de prendre en compte naturellement ces interactions sans avoir à formuler un modèle macroscopique (au prix d'une puissance de calcul non négligeable).

1.1.11 Équation de Landau-Lifshitz-Gilbert

L'équation phénoménologique de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) décrit l'évolution du moment magnétique en présence d'un champ extérieur et avec un amortissement α [43, 60] :

$$(1 + \alpha^2) \cdot \frac{\partial \vec{M}}{\partial t} = -\gamma \mu_0 \vec{M} \wedge \vec{H} - \gamma \mu_0 \alpha \frac{\vec{M} \wedge (\vec{M} \wedge \vec{H})}{|\vec{M}|} \quad (1.36)$$

avec [57] :

$$\gamma = \frac{g \cdot e}{2 \cdot m} \quad (1.37)$$

où g est le facteur de Landé, e la valeur absolue de la charge de l'électron, m la masse de l'électron. Pour un spin électronique $g = 2$ [57], on trouve $2\pi\gamma = 28 \text{ GHz} \cdot \text{T}^{-1}$.

L'équation (1.36) implique $\frac{\partial \vec{M}}{\partial t} \cdot \vec{M} = 0$, soit la conservation de la norme de l'aimantation au cours du temps.

1.1.12 Fréquence de résonance ferromagnétique

Soit un champ magnétique statique H_0 suffisamment fort pour saturer le matériau, que nous appellerons champ de polarisation. En l'absence de champ hyperfréquence l'aimantation est parallèle à ce champ appliqué. On peut vérifier dans l'équation (1.36) que l'aimantation est stable lorsqu'elle est parallèle à ce champ H_0 , et que le second terme de l'équation tend à aligner l'aimantation avec le champ si elle est légèrement désalignée. Si le coefficient α est nul, le premier terme de l'équation indique que l'aimantation tourne alors autour de l'axe du champ appliqué. Si le coefficient α est non nul, l'aimantation décrit une spirale en se rapprochant de l'axe du champ, jusqu'à être colinéaire au champ.

L'application d'un faible champ hyperfréquence h_{rf} de pulsation ω , perpendiculaire au champ de polarisation H_0 , permet de maintenir la précession

de l'aimantation malgré $\alpha > 0$. Pour cela, il faut idéalement que le champ h_{rf} soit à la même fréquence que la fréquence de précession pour $\alpha = 0$. Dans ce cas, h_{rf} tendra à éloigner l'aimantation de la direction du champ H_0 .

Si h_{rf} est suffisamment fort, l'angle entre l'aimantation et le champ de polarisation peut être augmenté, dans une certaine limite. Le champ h_{rf} fournit alors de l'énergie au matériau. Notons qu'un accroissement de H_0 augmente la contribution du premier terme (et donc la fréquence de précession) et du second terme (le champ h_{rf} minimal pour entretenir la précession en compensant ce terme devra donc augmenter également).

A partir de l'équation (1.36), en supposant l'aimantation M proche de la direction de polarisation statique H_0 , et en supposant que pour un champ h_{rf} sinusoïdal l'aimantation est une fonction sinusoïdale de même fréquence, on peut déterminer la forme générale de M dont la composante sinusoïdale peut s'exprimer sous la forme [61] :

$$\vec{m} = \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2} \left[j\omega\gamma\mu_0 \left(\vec{M}_0 \wedge \vec{h}_{rf} \right) + \gamma^2\mu_0^2 \left(\vec{H}_0 \cdot \vec{M}_0 \right) \vec{h}_{rf} - \gamma^2\mu_0^2 \left(\vec{H}_0 \cdot \vec{h}_{rf} \right) \vec{M}_0 \right] \quad (1.38)$$

où

$$\omega_0 = \gamma\mu_0 \cdot H_0 \quad (1.39)$$

et \vec{M}_0 composante statique de l'aimantation telle que $\vec{M} = \vec{M}_0 + \vec{m}$ avec $\frac{\partial \vec{M}_0}{\partial t} = \vec{0}$.

En pratique, le spectre d'absorption d'une onde électromagnétique se propageant dans un matériau "ferromagnétique" présente un pic à ω_0 . À cette fréquence, une part de l'énergie incidente est transférée au moment magnétique des électrons, avant d'être dissipée par relaxation dans le réseau.

L'équation (1.38) présente une singularité lorsque la fréquence d'excitation du champ h_{rf} est égale à ω_0 .

En définissant $\vec{h}_{rf} = \begin{pmatrix} h_x \\ h_y \\ h_z \end{pmatrix}$, l'équation (1.38) permet d'obtenir [61] :

$$\vec{m} = \frac{\gamma\mu_0 M_0}{\omega_0^2 - \omega^2} \begin{pmatrix} \omega_0 h_x - j\omega h_y \\ j\omega h_x - \omega_0 h_y \\ 0 \end{pmatrix}$$

d'où l'on peut extraire le tenseur de Polder [83] :

$$\overline{\overline{\mu}}_r = \begin{pmatrix} \mu & -j\kappa & 0 \\ j\kappa & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} = 1 + \begin{pmatrix} \chi_{xx} & \chi_{yx} & 0 \\ \chi_{yx} & \chi_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (1.40)$$

avec

$$\mu = 1 + \frac{\omega_0 \omega_M}{\omega_0^2 - \omega^2}$$

et

$$\kappa = \frac{\omega \omega_M}{\omega_0^2 - \omega^2}$$

en définissant $\omega_M = \gamma \mu_0 M_S$.

Le même raisonnement en tenant compte de l'amortissement α , mais en négligeant les termes de second ordre en α , aboutit à remplacer ω_0 par $\omega_0 + j\omega\alpha$ dans les équations précédentes. En introduisant les pertes magnétiques par la constante de temps T [61] selon la définition :

$$\alpha = \frac{1}{\omega T}$$

on a alors

$$\begin{aligned} \chi_{xx} &= \frac{(\omega_0 + j/T) \omega_M}{(\omega_0 + j/T)^2 - \omega^2} \\ \chi_{yx} &= \frac{j\omega \omega_M}{(\omega_0 + j/T)^2 - \omega^2} \end{aligned}$$

et l'on peut introduire en polarisation circulaire

$$\begin{aligned} \chi_{\pm} &= \chi_{xx} \pm j\chi_{xy} \\ \chi_{\pm} &= \chi'_{\pm} - j\chi''_{\pm} \\ \chi_{\pm} &= \frac{\omega_M}{(\omega_0 + j/T) \mp \omega} \end{aligned} \tag{1.41}$$

On définit alors $\mu_{\pm} = 1 + \chi_{\pm}$. Des exemples de tracés des composantes de $\overline{\overline{\mu_r}}$ en fonction de la fréquence ou fonction du champ appliqué, sont donnés en figures 1.3 et 1.4. Les valeurs de $\chi = (\mu - 1)$ sont proportionnelles à M_S : un plus fort M_S permet d'accroître la différence entre μ'_+ et μ'_- et d'annuler μ_+ à une fréquence plus élevée. Toutefois, μ_+ ne s'annule plus lorsque les pertes magnétiques $1/T = \gamma \mu_0 \cdot \Delta H/2$ sont trop importantes, comme l'illustre la figure 1.5. Les relations de Kramers Krönig (1.13, 1.14) s'appliquent à $\chi = \mu - 1$: le maximum de μ'' est proche du double du maximum de μ' (figure 1.4).

L'aimantation étant sensible au couplage dipolaire, les champs démagnétisants doivent être pris en compte pour calculer la fréquence de résonance ferromagnétique d'un solide de forme déterminée.

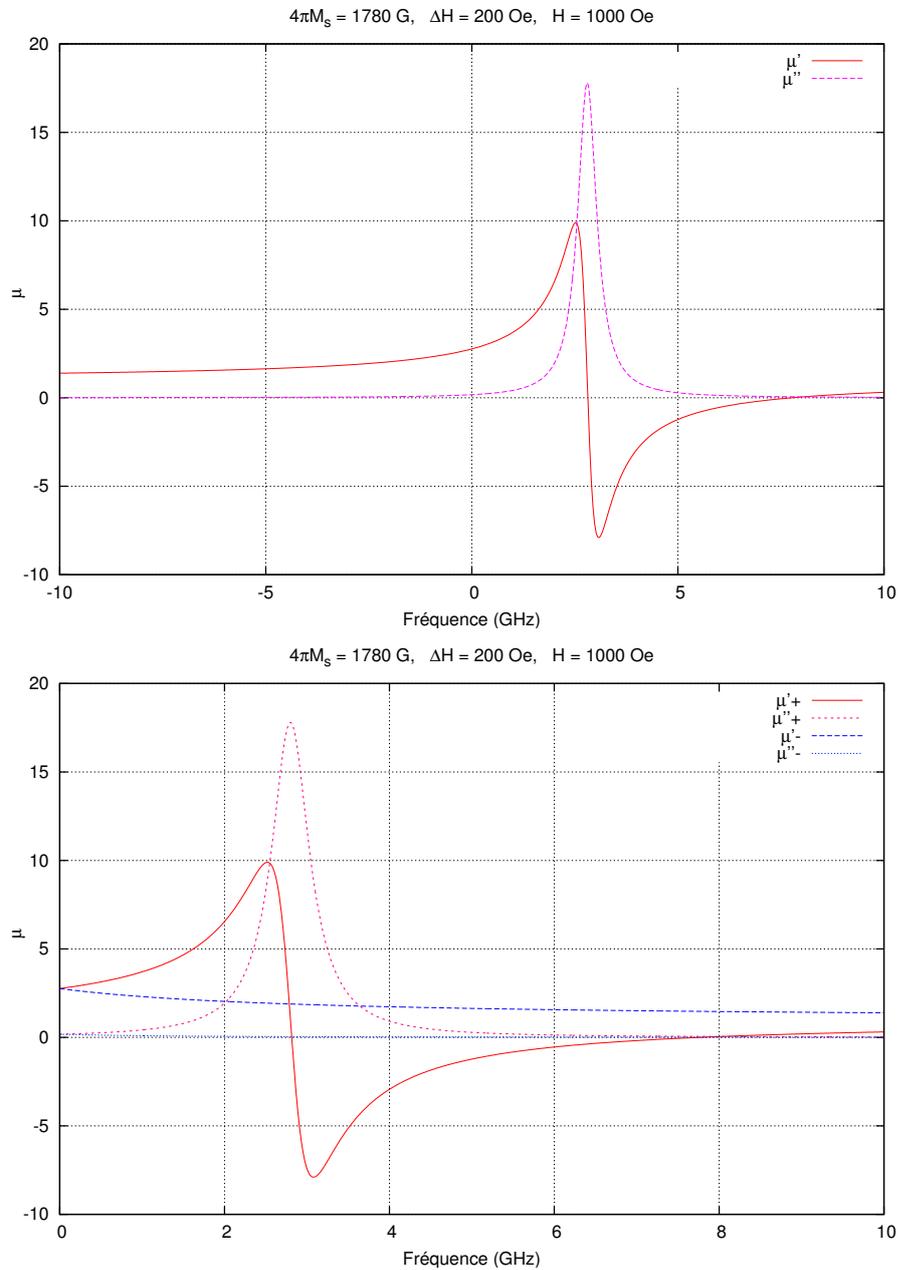


FIG. 1.3: Composantes du tenseur de Polder $\overline{\overline{\mu_r}}$ en fonction de la fréquence. La fréquence de résonance ferromagnétique f_{FMR} vaut ici 2,8 GHz. En haut, deux fréquences de signes opposés correspondent à des sens de rotation opposés. La non-réciprocité est évaluée en comparant les composantes de μ_+ et de μ_- : c'est ce que permet le repliement fréquentiel présenté en bas. Aux fréquences supérieures à f_{FMR} , un effet magnétique $\mu'_+ \neq \mu'_-$ significatif peut être obtenu loin de f_{FMR} , c'est-à-dire avec de faibles pertes μ'' . Ainsi à 7,8 GHz μ'_+ s'annule tandis que μ'_- vaut environ 1,5 et μ'' est inférieur à 0,06.

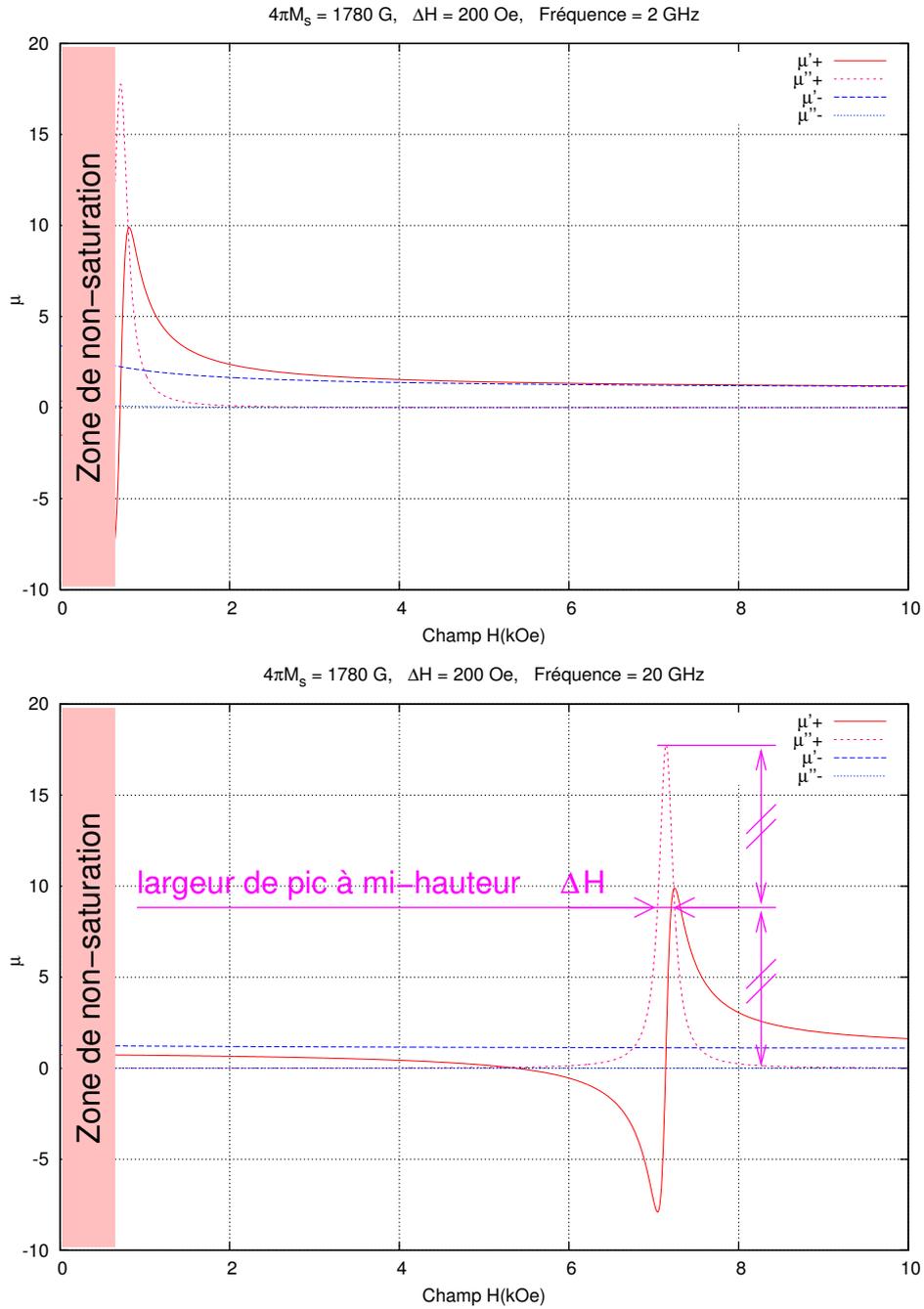


FIG. 1.4: Composantes du tenseur de Polder $\overline{\overline{\mu_r}}$ en fonction du champ pour une fréquence fixe plus basse que la fréquence de résonance, puis pour une fréquence plus haute que la fréquence de résonance. A bas champ, les valeurs théoriques n'ont plus de sens physique car le matériau n'est plus saturé (pour une sphère isotrope, le tenseur de Polder est valide pour $H > H_{sat}$ avec $H_{sat} = \frac{1}{3}$ du moment à saturation). La largeur du pic μ''_+ à mi-hauteur définit ΔH .

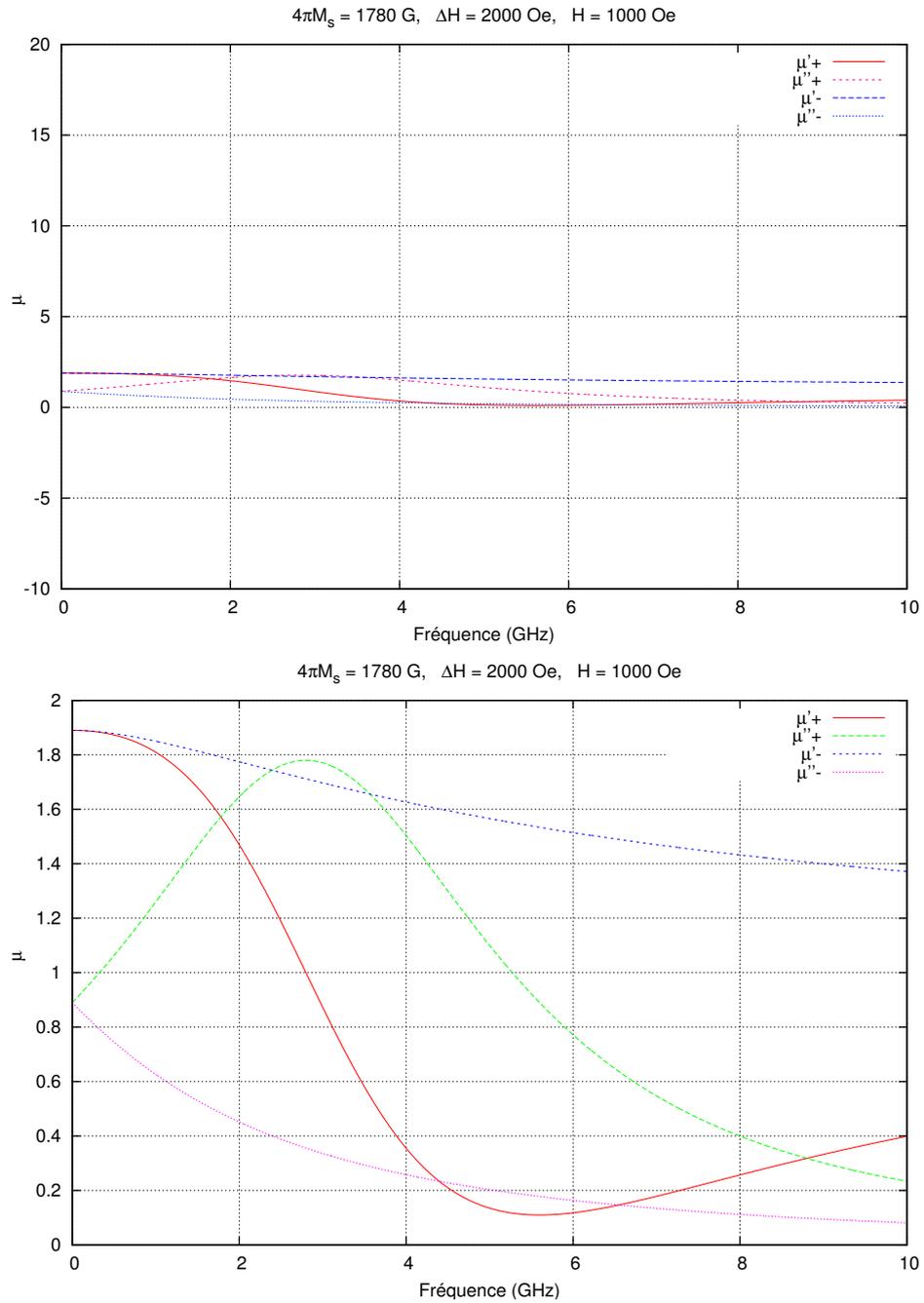


FIG. 1.5: Composantes du tenseur de Polder pour un matériau présentant des pertes magnétiques très élevées.

Dans le cas d'un ellipsoïde d'axes principaux \vec{x} , \vec{y} , \vec{z} , cette fréquence est alors donnée par la formule de KITTEL, pour un champ H_a appliqué selon \vec{z} [57] :

$$\omega_0^2 = \gamma^2 \mu_0^2 \cdot \frac{[H_a + (N_y - N_z) \cdot M] \cdot [H_a + (N_x - N_z) \cdot M]}{[H_a + (N_x - N_z) \cdot M]} \quad (1.42)$$

Pour les formes usuelles, la fréquence de résonance ferromagnétique est donnée dans le tableau 1.1.

1.1.13 Ondes de spins

La fréquence de résonance ferromagnétique correspond à une rotation cohérente des spins (même phase, même vitesse, même petit angle à un instant donné entre le spin et le champ de polarisation). C'est par définition le mode de précession uniforme. Cependant, il existe d'autres modes non uniformes [98, 111] où les spins peuvent être déphasés les uns par rapport aux autres. De proche en proche, un même déphasage, d'un spin au spin voisin, permet de retrouver la phase initiale : on parle alors d'onde de spin, définie par un vecteur \vec{k} , image dans le réseau réciproque du vecteur reliant les positions du spin initial et du premier spin de la chaîne à avoir la même phase que le spin initial. Le temps nécessaire à la création de ces ondes est relié à un terme d'amortissement T_2 . Lorsque la cohérence de phase est perdue, l'aimantation totale M est diminuée, car les contributions de spins déphasés ne s'additionnent pas entièrement de manière constructive (figure 1.6). L'énergie de ces ondes de spins est ensuite dissipée (couplages spin électron, phonons, etc.), ce qui permet de revenir à l'état fondamental après un temps de relaxation T_1 .

Dans les cas qui nous intéressent, on note la largeur de raie de résonance ferromagnétique à mi-hauteur

$$\Delta H = \frac{2}{\gamma \mu_0 T_2}$$

qui rend compte des pertes magnétiques.

L'excitation de modes non-uniformes de vecteurs d'onde \vec{k} et de même fréquence que le mode de précession uniforme est liée à la présence de toute forme de défaut. Lorsque \vec{k} tend vers 0, on parle de modes magnéto-statiques.

On définit le magnon comme un quantum d'onde de spin, cette onde étant associée à un vecteur \vec{k} . Un mode de vecteur d'onde \vec{k} est excité lorsqu'un ou plusieurs magnons associés au même vecteur \vec{k} existent. Par

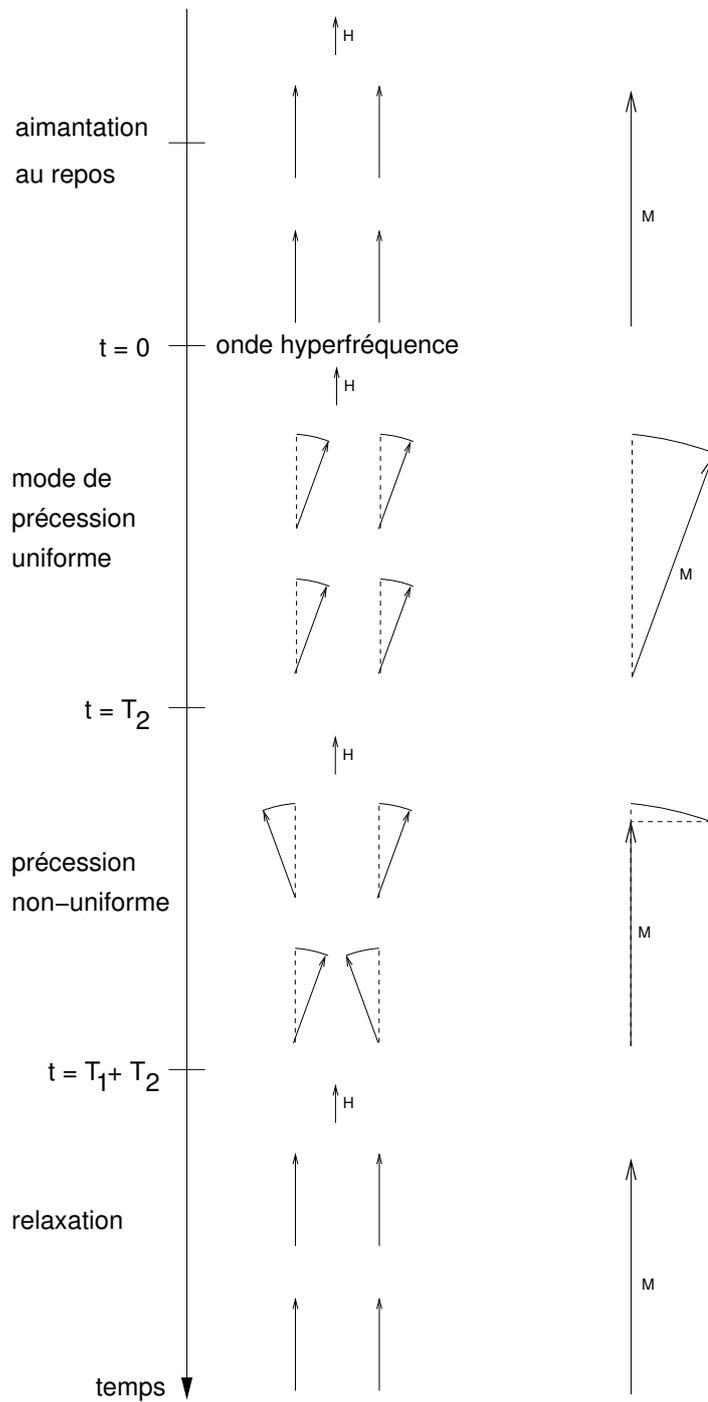


FIG. 1.6: Relaxation et ondes de spin. La perte de la cohérence de phase entre précession uniforme et non-uniforme est caractérisée par une constante de temps T_2 . Lorsque l'énergie de l'onde non-uniforme est dissipée, les moments individuels se réalignent parallèlement à l'axe \vec{z} , ce processus est caractérisé par une constante de temps T_1 .

abus de langage, on appelle communément magnon tout mode de précession, et le nom “magnon” pourra désigner l’onde associée de vecteur d’onde \vec{k} . On parlera ainsi de magnon uniforme et de magnons non-uniformes, ou de magnon de vecteur d’onde \vec{k} .

Dans le cas d’un matériau saturé, la relation de dispersion du mode d’onde de spin de vecteur d’onde \vec{k} dépend à la fois de la norme de \vec{k} et de son angle de propagation $\theta_k = (\vec{M}, \vec{k})$ par rapport à \vec{M} [49] :

$$\omega_k = \sqrt{(\omega_H + \eta k^2) (\omega_H + \eta k^2 + \omega_M \sin^2 \theta_k)}$$

où

$$\begin{aligned} \omega_M &= \gamma \mu_0 M_s \\ \omega_H &= \gamma \mu_0 (H_{ext} + H_U - N_z M_s) \\ \eta &= \frac{2A\gamma}{M_s} \end{aligned}$$

avec A la constante d’échange du matériau magnétique, et H_U le champ d’anisotropie magnétocristalline défini par (1.31).

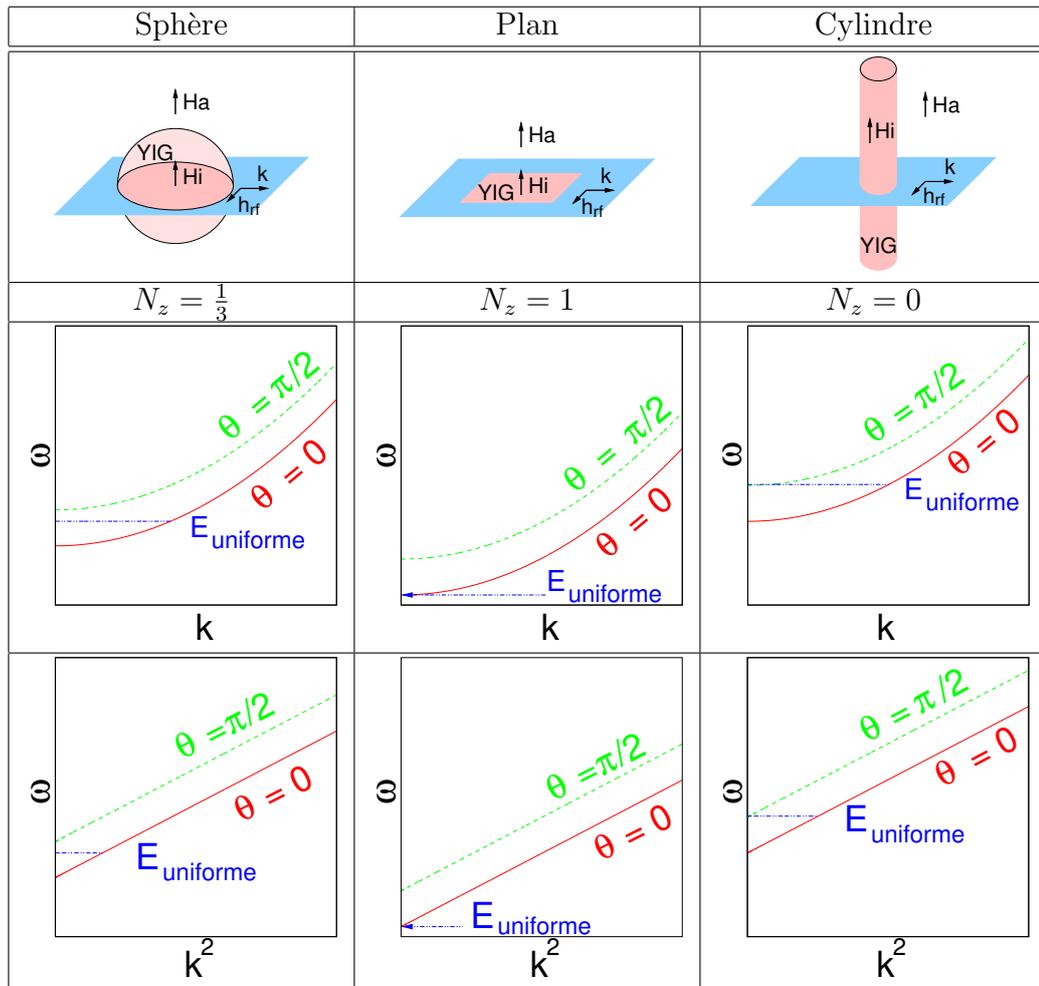
Dans le cas d’un cylindre (un nanofil par exemple) ou d’un plan (un disque de ferrite par exemple), $N_x = N_y = \frac{1-N_z}{2}$, la fréquence de résonance du mode uniforme vaut alors

$$\begin{aligned} \omega_0 &= \gamma \mu_0 \left(H_{ext} + H_U - N_z M_s + \frac{1 - N_z}{2} M_s \right) \\ \omega_0 &= \omega_H + \frac{1 - N_z}{2} \cdot \omega_M \end{aligned}$$

Pour une amplitude k donnée, les fréquences possibles sont comprises entre $\omega_H + \eta k^2$ et $\sqrt{(\omega_H + \eta k^2) (\omega_H + \eta k^2 + \omega_M)}$, correspondant à des angles respectifs de $\theta = 0$ et $\theta = \frac{\pi}{2}$. Lorsque k augmente, la fréquence associée augmente également si la direction est la même. La fréquence la plus basse possible, qui correspond à l’énergie la plus basse, est donc $\omega = \omega_H$.

Selon la géométrie considérée, il existe ou non des modes non-uniformes dégénérés en énergie avec le mode de précession uniforme (tableau 1.3).

Dans un échantillon plan (couche mince) perpendiculaire à \vec{z} , $N_z = 1$ et le mode uniforme est le mode de plus basse énergie $\omega_0 = \omega_H$. Tous les modes non uniformes ont une fréquence supérieure à la fréquence du mode uniforme, quel que soit \vec{k} . Cela signifie que tous les modes non uniformes ont une énergie différente (en l’occurrence supérieure) au mode uniforme, ils ne sont pas dégénérés en énergie avec le mode uniforme et n’engendrent donc pas facilement de pertes.



TAB. 1.3: Diagramme de bande de magnons dégénérés : énergie du mode uniforme en fonction de la géométrie et modes non-uniformes dégénérés. Les modes d'onde de spin possibles sont compris entre les courbes $\theta = 0$ et $\theta = \pi/2$. Pour un plan, il n'existe pas de mode non-uniforme dégénéré en énergie avec le mode uniforme.

Dans un échantillon cylindrique (par exemple : un nanofil) d'axe \vec{z} , $N_z = 0$, la fréquence de résonance du mode uniforme est élevée dans cette configuration, qui maximise le nombre d'états possibles pour une énergie égale à celle du mode uniforme $k = 0$: l'énergie injectée est donc facilement transférée à des modes non-uniformes de même énergie, ce qui engendre des pertes.

Si l'on s'intéresse aux modes magnéto-statiques, c'est-à-dire aux faibles valeurs de \vec{k} , cela revient à considérer les grandes longueurs d'onde de spin. Les grandes longueurs d'onde de spin sont possibles essentiellement selon les directions les plus allongées : dans un cylindre, la densité d'états à k faible sera maximale pour $\theta = 0$, et minimale pour $\theta = \pi/2$, car le faible diamètre limite le nombre de longueurs d'ondes possibles de grande taille selon cette direction.

Ces raisonnements valent pour des plans et des cylindres infinis, les formules doivent être ajustées pour des échantillons de taille finie et pour les k faibles (lorsque k est fort, la longueur d'onde est très petite devant les dimensions de l'échantillon, la dimension de celui-ci importe peu). Les nanofils considérés dans cette thèse ayant une hauteur de l'ordre de 15 microns, l'approximation devra être utilisée avec précaution pour des k inférieurs à 10^5cm^{-1} .

1.1.14 Temps de relaxation et largeurs de raie

Dans la pratique, on est amené à introduire plusieurs largeurs de raies car il existe plusieurs processus de natures différentes (figure 1.7) qui transfèrent l'énergie de la précession uniforme vers le réseau selon des constantes de temps différentes [98] :

- T_{ud} : processus à deux magnons vers des magnons dégénérés via les défauts
- T_{up} : interaction magnon-phonon, magnon-électron libre, ions relaxants
- T_{dp} : processus à trois ou quatre magnons
- T_{ut} : interaction magnon-phonon, magnon-électron libre, ions relaxants
- T_{dt} : processus à trois magnons
- T_{tp} : interaction magnon-phonon, magnon-électron libre, ions relaxants.

La mesure de la largeur à mi-hauteur du pic de résonance donne le ΔH qui inclut tous les mécanismes par lesquels l'énergie de la précession uniforme est transférée vers le réseau (processus inhomogènes à deux magnons liés aux défauts, interactions phonons-magnons, ions relaxants, etc.[98]).

Hors de la résonance principale (et plus généralement hors de la bande de dégénérescence des magnons), les pertes magnétiques peuvent être calculées par une expression lorentzienne faisant intervenir une largeur de raie effective

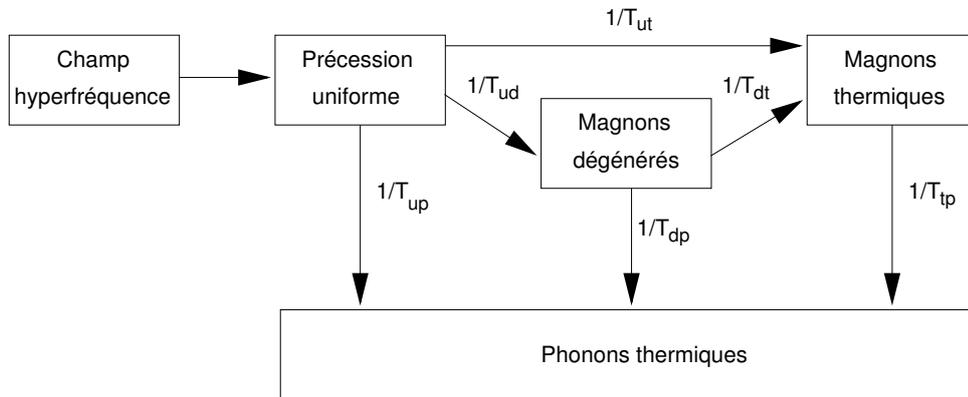


FIG. 1.7: Transferts d'énergies de l'onde électromagnétique vers le réseau via l'excitation du mode de précession uniforme, d'après [98].

ΔH_{eff} qui exclut en particulier les processus non-homogènes. On observe donc $\Delta H_{eff} \ll \Delta H$.

L'amortissement d'une onde de spin spécifique dépend de son vecteur d'onde \vec{k} , on est donc amené à introduire des largeurs de raies ΔH_k . La valeur minimale de ces ΔH_k permet de déterminer le champ critique h_c au delà duquel apparaissent des effets non-linéaires [98].

1.1.15 Ferrites

Les ferrites sont les matériaux de référence pour les dispositifs non-réciproques en hyperfréquences (circulateur, déphaseur, ...).

Ce sont des oxydes magnétiques obtenus par des procédés céramiques, et dont la structure cristalline définit le type. Les différents types de ferrites sont les spinelles, les grenats, et les ferrites hexagonaux ou hexaferrites. La structure cristalline des spinelles est cubique à face centrée, celle des grenats est cubique. Les ferrites de type grenats sont les plus utilisés en hyperfréquences (leurs pertes magnétiques sont généralement plus faibles que celles des spinelles), mais nécessitent une polarisation externe (aimant ou bobine) pour fonctionner efficacement. L'un des plus connus est le grenat d'yttrium-fer (YIG, pour *Yttrium Iron Garnet*), qui autorise diverses substitutions : présentant de faibles pertes diélectriques et magnétiques, le monocristal sous forme de sphère constitue encore aujourd'hui le matériau de choix pour les sources hyperfréquences accordables large bande (YTO = *YIG Tuned Oscillator*). Leur aimantation à saturation maximale étant proche de celle du YIG pur (1780 G), les fréquences d'application sont limitées à 20 GHz. Au delà, il faut avoir recours aux spinelles, en particulier nickel-zinc, dont les aimanta-

tions peuvent atteindre 5000 G, ce qui permet la réalisation de circulateurs à 94 GHz.

Les hexaferrites possèdent une forte anisotropie, ce qui en fait des matériaux de choix pour les applications à fréquence élevée et éventuellement sans polarisation externe, et ce qui justifie les nombreuses études sur ces matériaux. Ils peuvent être de types M, Z, W et Y, seul le type M donne naissance à des ferrites durs (fort moment rémanent et fort champ coercitif).

Les ferrites peuvent être utilisés à la résonance (YTO et isolateurs à la résonance), mais dans la plupart des dispositifs ils sont utilisés hors de la résonance. Il convient alors de minimiser les pertes magnétiques μ'' en travaillant suffisamment loin de la résonance d'une part, et de la zone dite de "pertes à champ faible" d'autre part [61].

Les ferrites ont été étudiés depuis les années 1950, et sans cesse améliorés. Un grand choix de valeurs d'aimantations et de largeurs de raies avec de très faibles pertes diélectriques (tableaux 1.4, 1.5, 1.6, 1.7) [41, 105, 119] permettent la réalisation de dispositifs performants dans une large gamme de fréquence.

Leurs principaux inconvénients résident dans la mise en oeuvre de la technologie céramique, la difficulté d'intégration et dans la nécessité d'une polarisation magnétique extérieure. Pour s'affranchir de ces limites, il est nécessaire d'étudier de nouveaux matériaux. Les matrices de nanofils métalliques magnétiques orientés, auxquelles cette thèse s'intéresse, ne nécessitent pas de polarisation externe et offrent ainsi des perspectives d'intégration incomparables.

1.2 Brisure de symétrie de renversement temporel

La brisure de symétrie de renversement temporel apparaît dans l'équation de propagation dans un matériau magnétique (nous nous intéressons ici au cas d'un milieu infini).

Dans le cas d'une excitation sinusoïdale de pulsation ω , les champs électromagnétiques s'expriment sous la forme $A \cdot e^{j\omega t}$ où A est un nombre complexe ne dépendant pas du temps. En négligeant la conductivité électrique du milieu, les équations de Maxwell (1.1,1.2,1.3,1.4) et les équations constitutives (1.10) et (1.16) donnent alors :

$$\begin{aligned}\vec{\nabla} \wedge \vec{E}_{rf} &= -j\omega\mu_0\overline{\mu_r}\vec{h}_{rf} \\ \vec{\nabla} \wedge \vec{h}_{rf} &= j\omega\epsilon_0\epsilon_r\vec{E}_{rf}\end{aligned}$$

Ions divalents	Ions trivalents substitués	Fondants et dopants	$4\pi M_s$ (G)	T_c ($^{\circ}C$)	ΔH (Oe)	ΔH_k (Oe)
Mg, Mn	Fe		2150	320	540	2,5
Mg, Mn	Fe, Al		750-2000	90-290	100-250	2,1-5,2
Ni, Zn	Fe		4000-5000	375-400	160-340	15-25
Ni, Co	Fe, Al		500-3000	120-585	100-900	20-40
Ni, Mg	Fe, Ti		1800	500	700	> 45
Ni, Zn, Co	Fe, Mn		4700-5000	375	120-1500	15-20
Li, Mn	Fe	Bi	3750	640	650	1,5
Li, Mn	Fe, Ti	Bi, Co	1000-2900	300-500	300-500	1,5-9
Li, Zn, Mn	Fe, Ti	Bi, Co	900-3000	150-300	80-250	1,5-9

TAB. 1.4: Propriétés des ferrites spinelles, d'après [41].

Ion divalent	ϵ'	$\tan \delta$	g
Mg, Mn	11,3-13,1	$< 5 \times 10^{-4}$	2
Ni	9-12,8	$< 3 \times 10^{-4}$	1,5-2,6
Li	14,5-18	$< 5 \times 10^{-4}$	2

TAB. 1.5: Permittivité courante et facteur de Landé des ferrites spinelles, d'après [41, 105].

Terres rares et substitution	Fer et substitution	Dopant	$4\pi M_s$ (G)	T_c ($^{\circ}C$)	ΔH (Oe)	ΔH_k (Oe)
Y	Fe, Al, (Mn)	Dy, Ho	175-1200	85-220	25-140	2-15
Y, Gd	Fe, Al, (Mn)	Dy, Ho	150-1400	150-280	50-100	7-16
Y, Ca	Fe, Zr		1950	240	10	2
Y, Ca	Fe, V, In	Dy	870	175	55	10
Y	Fe, (Mn)	Dy, Ho	1780	280	15-45	2

TAB. 1.6: Propriétés des ferrites grenats, d'après [41].

ϵ'	$\tan \delta$	g
13,8-15,4	$< 2 \times 10^{-4}$	2

TAB. 1.7: Permittivité courante et facteur de Landé des ferrites grenats, d'après [41, 105].

où l'on suppose ϵ_r scalaire, ce qui implique

$$\vec{\nabla} \wedge \left(\vec{\nabla} \wedge \vec{h}_{rf} \right) = \omega^2 \epsilon_0 \mu_0 \epsilon_r \overline{\mu_r} \cdot \vec{h}_{rf} \quad (1.43)$$

L'axe \vec{z} est choisi colinéaire au champ statique H_0 . Le tenseur de perméabilité $\overline{\mu_r}$ est donc donné par la relation de Polder (1.40).

Le champ magnétique d'une onde plane est de la forme $\vec{h}_{rf} = \vec{h}_0 \cdot e^{-\Gamma(\vec{n} \cdot \vec{r})}$ où Γ est la constante de propagation complexe, \vec{n} le vecteur unitaire dans la direction de propagation, et \vec{r} le vecteur position, ce qui se traduit dans (1.43) par [61] :

$$\Gamma^2 \left[-n^2 \vec{h}_{rf} + \left(\vec{n} \cdot \vec{h}_{rf} \right) \vec{n} \right] = \omega^2 \epsilon_0 \mu_0 \epsilon_r \overline{\mu_r} \cdot \vec{h}_{rf} \quad (1.44)$$

Pour un champ statique H_0 selon \vec{z} , on peut choisir les axes \vec{x} et \vec{y} tels que la propagation s'effectue dans le plan xz . Dans ce cas $\vec{n} = \begin{pmatrix} \sin \varphi \\ 0 \\ \cos \varphi \end{pmatrix}$, ce qui aboutit à trois équations linéaires de variables h_{rfx} , h_{rfy} , h_{rfz} , dont la résolution implique [61] :

$$\Gamma_{\pm}^2 = -\omega^2 \epsilon_0 \epsilon_r \mu_0 \frac{(\mu^2 - \mu - \kappa^2) \sin^2 \varphi + 2\mu \pm \left((\mu^2 - \mu - \kappa^2)^2 \sin^4 \varphi + 4\kappa^2 \cos^2 \varphi \right)^{\frac{1}{2}}}{2(\cos^2 \varphi + \mu \sin^2 \varphi)}$$

Dans le cas d'une onde se propageant selon \vec{x} ($\vec{n} \perp \vec{H}$), on a alors

$$\begin{aligned} \Gamma_+^2 &= -\omega^2 \epsilon_0 \epsilon_r \mu_0 \frac{\mu^2 - \kappa^2}{\mu} \\ \Gamma_-^2 &= -\omega^2 \epsilon_0 \epsilon_r \mu_0 \end{aligned}$$

Lorsque les champs \vec{h}_{rf} et \vec{H}_0 sont colinéaires, la solution est donnée par Γ_- et le champ n'interagit pas avec les spins [61] : la propagation s'effectue comme dans un diélectrique non magnétique. Dans le cas où \vec{h}_{rf} est perpendiculaire à \vec{H}_0 , la perméabilité dépend du champ \vec{H}_0 appliqué, et si l'on néglige les termes d'amortissement la perméabilité effective est alors décrite par [61] :

$$\mu_{eff} = \frac{\mu^2 - \kappa^2}{\mu} \quad (1.45)$$

Dans le cas d'une onde se propageant selon \vec{z} ($\vec{n} // \vec{H}$), (1.44) donne

$$\begin{aligned} -\Gamma^2 h_x &= \frac{\omega^2}{c^2} \epsilon_r (\mu h_x - j\kappa h_y) \\ -\Gamma^2 h_y &= \frac{\omega^2}{c^2} \epsilon_r (\mu h_x + j\kappa h_y) \end{aligned}$$

ce qui correspond à deux ondes planes polarisées circulairement. La constante de propagation s'écrit alors

$$\Gamma_{\pm}^2 = -\frac{\omega^2}{c^2} \epsilon_r (\mu \pm \kappa) \quad (1.46)$$

où le signe positif désigne un sens de rotation et le signe négatif le sens opposé. La perméabilité scalaire vue par les deux ondes est différente : dans un sens, la perméabilité effective est plus élevée que μ , dans l'autre sens elle est moins élevée que μ . Si l'on renverse le sens du temps sans changer la polarisation magnétique, l'onde sensible à une perméabilité $\mu + \kappa$ change de sens de rotation, elle devient sensible à $\mu - \kappa$: le système n'est pas invariant par retournement temporel : le magnétisme introduit ici une brisure de symétrie de renversement temporel³.

1.3 Modes TE, TM en cylindrique

1.3.1 Équations de Maxwell en cylindrique

Dans un repère cylindrique, les équations de Maxwell (1.1, 1.2, 1.3, 1.4) et les relations constitutives (1.15, 1.16) aboutissent à :

$$\frac{\partial^2 E}{\partial z^2} + \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial}{\partial \rho} \left(\rho \cdot \frac{\partial E}{\partial \rho} \right) + \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial^2 E}{\partial \varphi^2} + k^2 E = 0$$

avec $k^2 = \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot \epsilon \cdot \mu_{eff}$

Le principe de séparation des variables permet d'écrire la solution sous la forme d'une série dont le terme général est :

$$E_{z,l}(r, \varphi, z) = a_l \cdot J_l(k_r \cdot r) \cdot e^{i \cdot l \cdot \varphi} \cdot e^{i \cdot k_z \cdot z} \quad (1.47)$$

où J_l est la l -ième fonction de Bessel, avec $k_r^2 + k_z^2 = k^2$. L'indice l marque le nombre de périodes selon une circonférence.

Ces termes définissent les modes transverses magnétiques *TM*. Par analogie la résolution de l'équation en H conduit à des modes transverses électriques *TE*.

³La symétrie T est brisée, mais la symétrie PT est conservée, puisqu'un retournement du temps et une permutation des sens de rotation aboutit à un système équivalent au système initial. La symétrie C est conservée, ce qui permet d'assurer la conservation de la symétrie CPT .

1.3.2 Onde électromagnétique en cavité cylindrique

Dans une cavité métallique, on observe des résonances qui sont fixées par les conditions aux limites d'annulation des champs sur les parois.

Une onde électromagnétique peut résonner dans une cavité diélectrique, dont certaines parois peuvent être métallisées. Les conditions aux limites d'annulation des champs à la frontière du diélectrique déterminent des motifs de champs possibles. Ces motifs sont identifiés et appelés modes transverses électrique TE , magnétique TM ou électromagnétique TEM . Dans le cas d'une cavité cylindrique de rayon R , les parois cylindriques fixent $R_l = R$ pour chaque l dans (1.47), les parois supérieures et inférieures introduisent une quantification supplémentaire identifiée par un troisième indice n . Les trois indices l , m , n définissent chaque mode de la manière suivante (voir figure 1.8) :

- l compte le nombre de périodes (ventre+noeud) sur un périmètre du cylindre
- m compte le nombre de demi-périodes sur un rayon du cylindre
- n compte le nombre de demi-périodes selon l'axe z du cylindre.

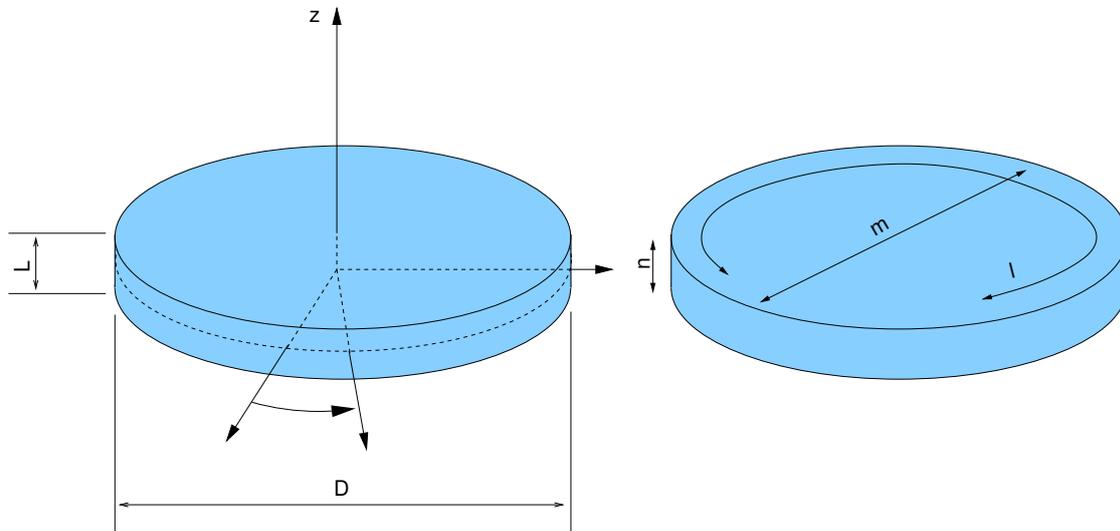


FIG. 1.8: Indices pour les modes TE , TM

Pour les modes TE , le nombre de périodes est compté pour le champ électrique. Pour les modes TM , le nombre de périodes est compté pour le champ magnétique.

Le champ en un point repéré par un angle φ , un rayon r et une hauteur z s'exprime alors sous la forme :

$$Champ = Champ_{max} \cdot J_l(k_r \cdot r) \cdot e^{i \cdot l \cdot \varphi} \cdot e^{i \cdot k_z \cdot z}$$

où $k_z = \frac{n}{L}\pi$ et $k_r = \frac{x_{lm}}{R}$, avec x_{lm} la m -ième racine de J_l .

La fréquence de résonance d'un mode est déterminée par $k^2 = k_r^2 + k_z^2$, avec $k^2 = \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot \epsilon \cdot \mu_{eff}$.

À chaque mode correspond une fréquence propre, mais plusieurs modes peuvent avoir la même fréquence propre : on parle alors de modes dégénérés.

1.4 Circulateurs

Un circulateur est un dispositif tel que l'énergie entrant par le port p sort par le port $p + 1$ modulo le nombre de ports.

Le fonctionnement d'un circulateur à trois ports est présenté sur la figure 1.9. Une antenne permet d'émettre et de recevoir des signaux électromagnétiques. Les signaux entrants et sortants n'empruntent pas le même chemin lors du passage dans le circulateur. Ainsi le signal d'émission se propage de l'émetteur vers l'antenne mais n'est pas perçu depuis le récepteur, alors que le signal reçu se propage de l'antenne vers le récepteur. Cela permet d'émettre un signal fort sans perturber le récepteur conçu pour des signaux faibles, en utilisant la même antenne pour émettre et recevoir simultanément.

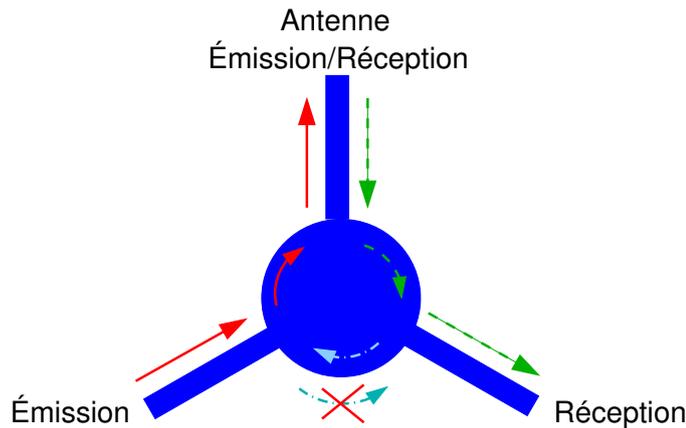


FIG. 1.9: Fonctionnement d'un circulateur.

1.4.1 Théorie des circulateurs

La théorie des circulateurs est décrite dans les articles fondateurs [13, 33], et a été reprise dans de nombreux ouvrages. Nous rappelons ici les principes utilisés au chapitre 4.

1.4.1.1 Généralités sur les hexapôles adaptés

Tout d'abord, montrons qu'un dispositif invariant par une rotation d'angle $\frac{2\pi}{3}$, possédant trois ports, adapté et sans perte, ne peut être qu'un circulateur

parfait. En considérant les vecteurs champ émis $\begin{pmatrix} E_{port+1} \\ E_{port+2} \\ E_{port+3} \end{pmatrix}$ et champ reçu $\begin{pmatrix} E_{port-1} \\ E_{port-2} \\ E_{port-3} \end{pmatrix}$, la matrice de dispersion s'écrit alors

$$S = \begin{pmatrix} \alpha & \gamma & \beta \\ \beta & \alpha & \gamma \\ \gamma & \beta & \alpha \end{pmatrix} \quad (1.48)$$

Les coefficients α correspondent aux coefficients de réflexion pour chacun des ports. β et γ peuvent être interchangés si le sens de rotation du circulateur est changé.

Soit S^* la matrice complexe-conjuguée de S .

Comme il est développé en annexe A.1.1, l'absence de pertes dans le dispositif se traduit par la relation $S \cdot \widetilde{S^*} = I$, ce qui s'écrit encore :

$$\begin{pmatrix} \alpha & \gamma & \beta \\ \beta & \alpha & \gamma \\ \gamma & \beta & \alpha \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \alpha^* & \beta^* & \gamma^* \\ \gamma^* & \alpha^* & \beta^* \\ \beta^* & \gamma^* & \alpha^* \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (1.49)$$

ce qui donne les relations suivantes :

$$|\alpha|^2 + |\beta|^2 + |\gamma|^2 = 1 \quad (1.50)$$

$$\alpha \cdot \beta^* + \beta \cdot \gamma^* + \gamma \cdot \alpha^* = 0 \quad (1.51)$$

Butterweck poursuit le raisonnement afin de déterminer les valeurs possibles de α , β , γ [16]. Dans un triangle (en géométrie euclidienne), la mesure d'un côté est toujours inférieure (cas général) ou égale (cas d'un triangle plat) à la somme des mesures des deux autres côtés :

dans le triangle (ABC) ,

$$AB \leq BC + CA \quad (1.52)$$

Plaçons le triangle (ABC) dans un plan complexe, il est alors possible de définir les vecteurs \overrightarrow{AB} , \overrightarrow{BC} et \overrightarrow{CA} , puis d'associer à chaque vecteur un nombre complexe. Considérons à présent les trois vecteurs du plan complexe déterminés par les nombres complexes $\alpha \cdot \beta^*$, $\beta \cdot \gamma^*$, $\gamma \cdot \alpha^*$. L'équation (1.51) traduit vectoriellement la fermeture d'un triangle dont chaque coté est colinéaire à un vecteur et a pour mesure la norme de celui-ci (voir figure 1.10)⁴. D'après

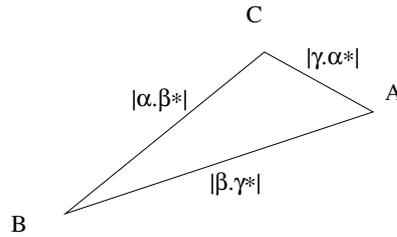


FIG. 1.10: Inégalités des longueurs dans un triangle

les équations (1.51) et (1.52) on obtient donc :

$$|\beta| \cdot |\gamma| \leq |\alpha| \cdot (|\beta| + |\gamma|) \text{ et par permutations :} \quad (1.53)$$

$$|\beta| \cdot |\alpha| \leq |\gamma| \cdot (|\beta| + |\alpha|) \quad (1.54)$$

$$|\alpha| \cdot |\gamma| \leq |\beta| \cdot (|\alpha| + |\gamma|) \quad (1.55)$$

En rentrant ces inéquations dans un logiciel de calcul, on peut reconstruire le diagramme présent dans l'article de Bosma (voir figure [1.11]).

Dans le cas d'un dispositif parfaitement adapté, $\alpha = 0$, ce qui implique $\gamma = 0$ (et donc $\beta = 1$) ou $\gamma = 1$ (et donc $\beta = 0$). Ces deux possibilités correspondent à une circulation sans perte dans un sens ou dans l'autre.

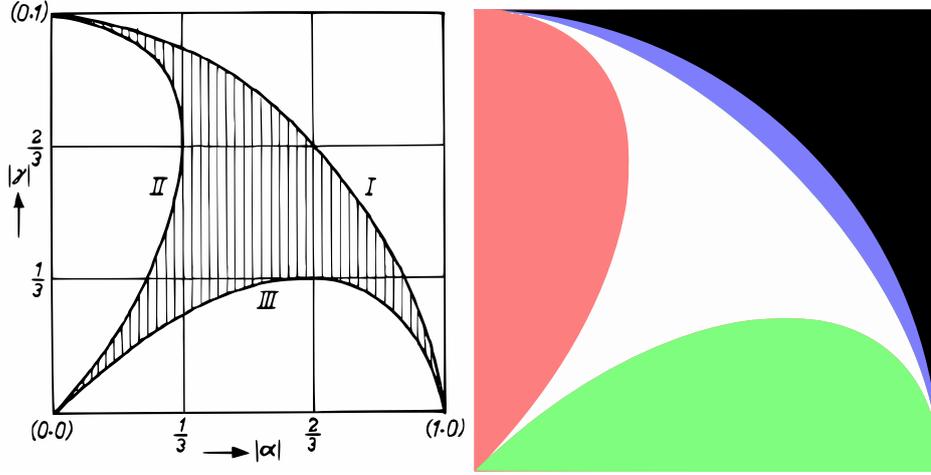
Une légère désadaptation $0 < \alpha \ll 1$ donnera $\gamma = \alpha$ (et donc $\beta = 1 - \alpha^2$ par développement limité d'après l'équation 1.50), ou $\gamma = 1 - \alpha^2$ (avec $\beta = \alpha$).

1.4.1.2 Cas des circulateurs à jonction Y en constantes réparties

Équations fondamentales utilisées

On suppose désormais que le matériau considéré (ferrite ou diélectrique) est isolant ($J_c = 0$), et ne comporte pas de charges électriques ($\rho = 0$). En appliquant les relations constitutives (1.19, 1.15), et pour un champ d'excitation sinusoïdal, on obtient alors d'après les équations de Maxwell (1.1,1.2,1.3,1.4) :

⁴Ce triangle n'est pas « positionné » dans le plan complexe. Il y a donc une infinité de solutions pour tracer ce triangle, on peut toujours passer d'une solution à une autre par simple translation dans le plan complexe.



(a) Courbe extraite de l'article de Bosma

(b) Reconstruction par calcul numérique

FIG. 1.11: Relation entre γ et α dans l'article de BOSMA [13], d'après [16].

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{E} = j \cdot \omega \cdot \mu_0 \cdot \bar{\bar{\mu}} \cdot \vec{H} \quad (1.56)$$

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{H} = -j \cdot \omega \cdot \epsilon_0 \cdot \bar{\bar{\epsilon}} \cdot \vec{E} \quad (1.57)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{E} = 0 \quad (1.58)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \bar{\bar{\mu}} \cdot \vec{H} = 0 \quad (1.59)$$

et le tenseur de perméabilité pour un matériau saturé s'écrit en base ortho-normée (1.40) :

$$\bar{\bar{\mu}} = \begin{pmatrix} \mu & -j\kappa & 0 \\ j\kappa & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (1.60)$$

Les calculs développés en annexe A aboutissent à l'équation d'Helmholtz, soit en posant $k^2 = \omega^2 \epsilon_0 \mu_0 \epsilon \mu_{eff}$:

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \cdot \frac{\partial^2}{\partial \phi^2} + k^2 \right) E_z = 0 \quad (1.61)$$

ayant pour solution une série dont le terme général est donné par 1.47, avec $\frac{\partial E}{\partial z} = 0$:

$$E_{z,n}(r, \phi) = a_n \cdot J_n(k \cdot r) \cdot e^{i \cdot n \cdot \phi}$$

où J_n est la n -ième fonction de Bessel. On en déduit (comme développé dans les calculs en annexe A) :

$$H_{\phi,n}(r, \phi) = i \frac{a_n}{\zeta_{eff}} \left[J_{n-1}(k \cdot r) - \left(1 + \frac{\kappa}{\mu} \right) \cdot \frac{n \cdot J_n(k \cdot r)}{k \cdot r} \right] e^{i \cdot n \cdot \phi} \quad (1.62)$$

et

$$H_{\rho,n}(r, \phi) = -\frac{a_n}{\zeta_{eff}} \left[\frac{\kappa}{\mu} \cdot J_{n-1}(k \cdot r) - \left(1 + \frac{\kappa}{\mu} \right) \cdot \frac{n \cdot J_n(k \cdot r)}{k \cdot r} \right] e^{i \cdot n \cdot \phi}$$

où ζ_{eff} est l'impédance effective intrinsèque du matériau magnétique, définie par

$$\zeta_{eff} = \sqrt{\frac{\mu_0 \cdot \mu_{eff}}{\epsilon_0 \cdot \epsilon}} \quad (1.63)$$

Application des conditions aux limites

Le champ tangentiel H_ϕ en présence d'un champ E_z traduit un déplacement d'énergie selon la direction \vec{k} normale à ces deux champs, soit ici \vec{k} radial. L'énergie ne pouvant entrer et sortir du circulateur que par les ports (on suppose le dispositif sans perte, les parois ne peuvent donc pas absorber d'énergie), on a alors :

$$H_\phi(R, \phi) = \begin{cases} a & \text{si } -\frac{\pi}{3} - \psi < \phi < -\frac{\pi}{3} + \psi \\ b & \text{si } +\frac{\pi}{3} - \psi < \phi < +\frac{\pi}{3} + \psi \\ c & \text{si } \pi - \psi < \phi < \pi + \psi \\ 0 & \text{partout ailleurs} \end{cases} \quad (1.64)$$

avec $(2 \cdot \psi)$ l'angle sous lequel est vu chacun des ports depuis le centre du circulateur.

Fréquences des modes prépondérants

Les résonances sont déterminées par les conditions aux limites du dispositif, où $H = 0$ pour $r = R$ d'après (1.64).

Dans un circulateur classique, les seuls modes transverses magnétiques TM $n = 0$, $n = \pm 1$ peuvent être considérés comme significatifs, les modes supérieurs peuvent être négligés en première approximation [8] comme justifié par les mesures [33]. La fréquence de travail de ces dispositifs est proche des fréquences propres des modes $n = \pm 1$ ⁵.

⁵Il est possible de travailler sur des modes supérieurs ($|n| > 1$) pour lesquels la fréquence de travail est proche des fréquences propres de ces modes. Toutefois, afin d'alléger l'explication du principe de circulation, ce paragraphe se limite au cas le plus répandu : seuls les modes $n = 0$, $n = \pm 1$ sont donc considérés.

Les modes prépondérants sont obtenus par les racines de l'équation 1.62 pour $n = 0$ et $n = \pm 1$ ce qui revient à résoudre

$$J'_n(k \cdot R) - \frac{\kappa}{\mu} \cdot \frac{n \cdot J_n(k \cdot R)}{k \cdot R} = 0 \quad (1.65)$$

La fréquence du mode $n = 0$ vérifie alors

$$J'_0(k \cdot R) = J_{-1}(k \cdot R) = 0$$

soit

$$J_1(k \cdot R) = 0$$

ce qui donne $f_{n=0} = \frac{k}{2\pi\sqrt{\epsilon_0\mu_0\epsilon\mu_{eff}}}$ avec $k \cdot R = 3,832$ première racine non nulle de J_1 .

La fréquence centrale f_{cent} , autour de laquelle le circulateur doit être utilisé pour permettre l'isolation, est la solution de (1.65) pour $n = 1$ et $\frac{\kappa}{\mu} = 0$: à cette fréquence, le déphasage du mode $n = -1$ est opposé au déphasage du mode $n = 1$, ce qui est recherché comme expliqué au paragraphe suivant.

En l'absence d'effet magnétique ($\kappa = 0$), la fréquence centrale f_{cent} est confondue avec les fréquences des modes $n = \pm 1$, et le circulateur ne fonctionne plus. On a alors $\frac{\kappa}{\mu} = 0$,

$$f_{cent} = \frac{k}{2\pi\sqrt{\epsilon_0\mu_0\epsilon\mu_{eff}}} \quad (1.66)$$

avec $k \cdot R = 1,841$ première racine de J'_1 .

On définit l'écart relatif en fréquence entre les modes $\pm n$ par

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{|f_n - f_{-n}|}{f_{cent}} \quad (1.67)$$

Pour des valeurs faibles de $\frac{\kappa}{\mu}$, son expression est donnée par [13] :

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{2n}{x_{n,j}^2 - n^2} \cdot \frac{\kappa}{\mu} \quad (1.68)$$

où $x_{n,j} = k_{n,j} \cdot R$ avec $x_{n,j}$ j -ième racine de J'_n . Dans le cas d'un circulateur fonctionnant sur les modes $n = \pm 1$, la fréquence centrale est donnée par (1.66), et la bande passante est d'autant plus grande que κ/μ est grand.

Note : des circulateurs fonctionnant sur des modes d'ordre supérieurs existent [106] mais restent marginaux et limités aux très hautes fréquences, leur mise en oeuvre étant plus délicate que pour ceux utilisant les modes $n = \pm 1$.

Levée de dégénérescence et effet non réciproque

Les modes $n = 1$ et $n = -1$ correspondent à des résonances observables sur les champs magnétiques et électriques. Le circulateur peut être considéré comme un circuit électrique comportant deux résonateurs de type RLC [33], chaque résonateur correspondant à un mode de résonance.

L'impédance d'un résonateur RLC équivalent à une cavité résonante est donnée par Montgomery [71] (figure 1.12) :

$$Z = R \cdot \left[(1 + \beta_1 + \beta_2) + j \cdot Q_0 \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_n} - \frac{\omega_n}{\omega} \right) \right] \quad (1.69)$$

où β_1 et β_2 rendent compte du couplage entre cavité et ligne de transmission avec $\beta_i = \frac{n_i^2 \cdot Z_0}{R}$, et où $Q_0 = \frac{\omega_0 \cdot L}{R}$ est le facteur de qualité à vide de la cavité.

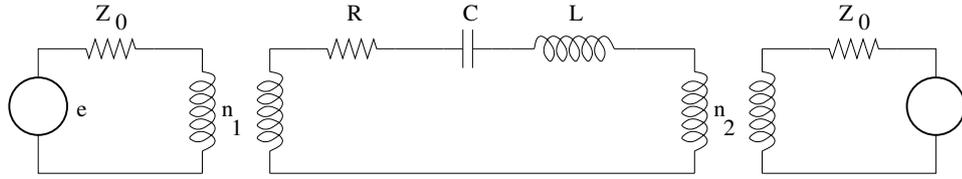


FIG. 1.12: Schéma d'un circuit RLC équivalent à une cavité résonante d'après [71].

Chaque mode contribue à transmettre la puissance $P = T_{(\omega)} \cdot P_0$ où P_0 est la puissance disponible en amont de la cavité, avec [71] :

$$T_{(\omega)} = \frac{4\beta_1\beta_2}{(1 + \beta_1 + \beta_2)^2 + Q_0^2 \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_n} - \frac{\omega_n}{\omega} \right)^2} \quad (1.70)$$

En définissant le facteur de qualité en charge Q_L par la relation

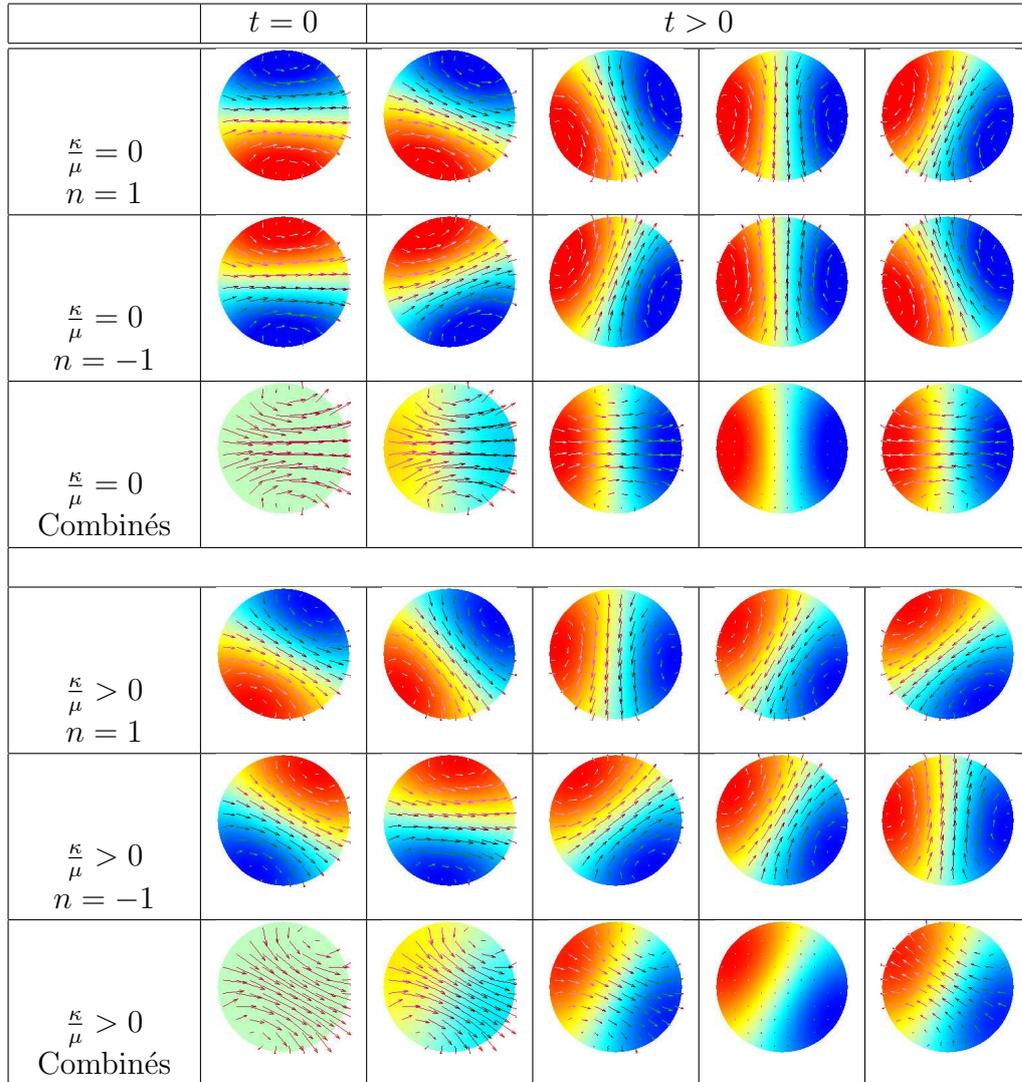
$$Q_L = \frac{Q_0}{(1 + \beta_1 + \beta_2)} \quad (1.71)$$

on obtient alors

$$T_{(\omega)} = \frac{4\beta_1\beta_2}{(1 + \beta_1 + \beta_2)^2} \cdot \frac{1}{1 + Q_L^2 \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_n} - \frac{\omega_n}{\omega} \right)^2} \quad (1.72)$$

et (1.69) devient

$$Z = R \cdot \frac{Q_0}{Q_L} \cdot \left[1 + j \cdot Q_L \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_n} - \frac{\omega_n}{\omega} \right) \right] \quad (1.73)$$



TAB. 1.8: Carte des modes sans effet magnétique ($\frac{\kappa}{\mu} = 0$) et avec effet magnétique idéal. En couleur de fond, le bleu et le rouge indiquent des champs électriques négatifs et positifs respectivement, les vecteurs indiquent la direction et l'amplitude du champ magnétique.

En l'absence d'effet magnétique, les modes $n = 1$ et $n = -1$ dans (1.47) résonnent à la même fréquence, et tournent en sens contraire. Le mode $n = 1$ tourne en sens horaire, et le mode $n = -1$ en sens trigonométrique.

Afin d'obtenir l'isolation d'un port, un déphasage est souhaitable sur les modes de résonance $n = 1$ et $n = -1$. Pour obtenir un motif stationnaire tel qu'un port soit en permanence à champ électrique nul, le motif initial ($\kappa = 0$) doit subir une rotation de $\pi/6$ dans le cas d'un circulateur 3 ports équirépartis. Il suffit pour cela que les modes $n = 1$ et $n = -1$, tournant en sens opposés, soient déphasés de $\pi/6$, l'un en avance, l'autre en retard. Le déphasage des modes $n = \pm 1$ à la fréquence ω est donné d'après (1.73) par

$$\varphi_{(n=\pm 1)} = \arg \left(1 + j \cdot Q_L \left(\frac{\omega}{\omega_{(n=\pm 1)}} - \frac{\omega_{(n=\pm 1)}}{\omega} \right) \right)$$

Il s'agit donc d'avoir

$$\tan \varphi_n = Q_L \left(\frac{\omega}{\omega_n} - \frac{\omega_n}{\omega} \right)$$

soit

$$\begin{aligned} Q_L^{-1} &= \frac{1}{\tan \varphi_n} \cdot \frac{\omega_0^2 - \omega_n^2}{\omega_n \cdot \omega_0} \\ Q_L^{-1} &= \frac{1}{\tan \varphi_n} \cdot \frac{2 \cdot (\omega_0 - \omega_n)}{\omega_0} \cdot \left(\frac{\omega_0 + \omega_n}{2 \cdot \omega_n} \right) \end{aligned}$$

Un développement limité au premier ordre en $\omega_0 - \omega_n$ montre que l'on peut remplacer le dernier terme par 1, ce qui permet de retrouver la formule donnée par Fay et Comstock [33] pour un circulateur à 3 ports équirépartis ($\varphi_n = \frac{\pi}{6}$) :

$$Q_L^{-1} = \frac{1}{\tan \frac{\pi}{6}} \cdot \frac{\Delta f}{f} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\Delta f}{f} \quad (1.74)$$

D'après les formules (1.68) et (1.74), un facteur de qualité Q_L moins élevé doit être compensé par un ratio $\frac{\kappa}{\mu}$ plus fort. Pour un matériau donné, $\frac{\kappa}{\mu}$ est plus fort à des fréquences proches de la résonance ferromagnétique, mais les pertes magnétiques (qui dégradent Q_L) sont alors plus fortes également : il y a donc un compromis à faire entre $\frac{\kappa}{\mu}$ et le niveau de pertes magnétiques acceptable.

Influence des couplages et pertes d'insertion

En conservant les notations présentées sur le schéma de la figure 1.12, en complément du facteur de qualité à vide Q_0 qui rend compte des pertes

par dissipation, on peut définir un facteur de qualité Q_e rendant compte des couplages :

$$Q_e = \frac{\omega_0 \cdot L}{n_1^2 \cdot Z_0 + n_2^2 \cdot Z_0}$$

On obtient alors d'après (1.71) et l'expression des facteurs β_1 et β_2 :

$$Q_L^{-1} = Q_0^{-1} + Q_e^{-1} \quad (1.75)$$

Si l'on suppose $\beta_1 = \beta_2 = \beta$, et que l'on remplace β en fonction de Q_0^{-1} et Q_e^{-1} , à la résonance (1.72) donne alors :

$$T_{(\omega=\omega_0)} = \frac{1}{\left(1 + \frac{Q_0^{-1}}{Q_e^{-1}}\right)^2} \quad (1.76)$$

En notant IL les pertes d'insertion ("insertion loss"), à la résonance :

$$IL = 10 \cdot \log \left(\frac{1}{\left(1 + \frac{Q_0^{-1}}{Q_e^{-1}}\right)^2} \right) \quad (1.77)$$

soit

$$\frac{Q_0^{-1}}{Q_e^{-1}} = \sqrt{10^{\frac{IL}{10}}} - 1$$

Hors de la résonance,

$$T_{(\omega)} = \frac{1}{\left(1 + \frac{Q_0^{-1}}{Q_e^{-1}}\right)^2 \cdot \left(1 + Q_L^2 \cdot \left(\frac{\omega}{\omega_0} - \frac{\omega_0}{\omega}\right)^2\right)}$$

Les coefficients de couplage étant positifs, la relation (1.75) implique

$$Q_0^{-1} < Q_L^{-1}$$

1.4.2 Calcul du facteur de qualité à vide Q_0

Les pertes intrinsèques sont données par la relation suivante [71] :

$$Q_0^{-1} = \frac{1}{2\pi} \frac{\text{énergie dissipée par cycle}}{\text{énergie stockée}} \quad (1.78)$$

Dans le cas d'un circulateur à jonction triplaque ou microruban,

$$Q_0^{-1} = Q_{\Delta H_{eff}}^{-1} + Q_{\tan \delta}^{-1} + Q_{conducteurs}^{-1} \quad (1.79)$$

avec

$$\begin{aligned}
 Q_{\Delta H_{eff}}^{-1} &= \frac{\mu''_{eff}}{\mu'_{eff}} \\
 Q_{\tan \delta}^{-1} &= \tan \delta \\
 Q_{conducteurs}^{-1} &= \frac{\delta_{peau} \cdot \int_{Surfaces} h^2 ds}{2 \int_{Volume} h^2 dv}
 \end{aligned} \tag{1.80}$$

où

$$\mu_{eff} = \frac{\mu^2 - \kappa^2}{\mu}$$

d'après [33, 71].

D'après [33, 102] :

$$Q_{\Delta H} = \frac{(p\sigma + \sigma^2 - 1) [(p + \sigma)^2 - 1] + \alpha^2 (2\sigma^2 + 3\sigma p + p^2 + 2)}{\alpha p [(p + \sigma)^2 + 1]} \tag{1.81}$$

où $\alpha = \gamma\mu_0 \frac{\Delta H}{2\omega}$, $p = \frac{\gamma\mu_0 M_0}{\omega}$ et $\sigma = \frac{\omega_{FMR}}{\omega}$ avec ω_{FMR} correspondant à la fréquence de résonance ferromagnétique.

Les coefficients de couplage sont toujours positifs. La formule (1.71) implique alors que le facteur de qualité en charge Q_L est toujours inférieur au facteur de qualité à vide Q_0 . Un facteur de qualité à vide trop faible limite les performances des dispositifs, il convient donc d'avoir le plus fort Q_0 possible. La relation (1.79) indique que si un des $Q_{0_i}^{-1}$ est très élevé devant les autres, ces derniers peuvent être négligés. On cherchera donc à minimiser les $Q_{0_i}^{-1}$, et à identifier le $Q_{0_i}^{-1}$ le plus fort.

Chapitre 2

État de l'art

Dans ce chapitre, nous rappelons les performances usuelles des circulateurs industriels en bande X, avant de présenter diverses technologies de circulateurs passifs. Nous nous intéressons particulièrement aux inclusions métalliques dans les diélectriques, et nous détaillons le cas des membranes de polymères chargées de nanofils métalliques magnétiques orientés.

2.1 Circulateurs

Les circulateurs traditionnels à ferrites (figures 2.1, 2.2) sont couramment utilisés, les performances usuelles à 10 GHz sont une isolation d'au moins 20 dB, avec des pertes d'insertion inférieures à 0,5 dB . Plusieurs thématiques de recherches sur ces dispositifs sont explorées de par le monde afin de réduire l'encombrement, le coût et de faciliter leur intégration.

Dans cette optique, les quasi-circulateurs actifs ont été proposés par Tanaka en 1965 [104], et font toujours l'objet de recherches [17] avec les problèmes de tenue en puissance inhérents à cette approche. Ils ne sont pas détaillés ici, seuls les dispositifs passifs seront abordés.

Les circulateurs passifs sont connus et utilisés depuis une cinquantaine d'années, et les diverses technologies et pistes de recherches les concernant sont ici présentées.

2.1.1 Performances et limitations des circulateurs standards

2.1.1.1 Performances intrinsèques

Les performances des circulateurs sont principalement caractérisées par les pertes d'insertion, l'isolation, la largeur de bande et la tenue en puissance.

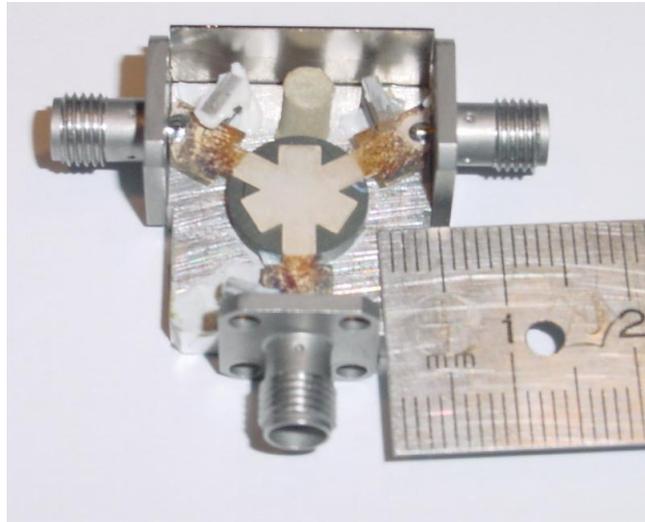


FIG. 2.1: Exemple de circulateur classique à ferrites. Le plan de masse et le ferrite supérieurs ont été retirés pour la photographie.

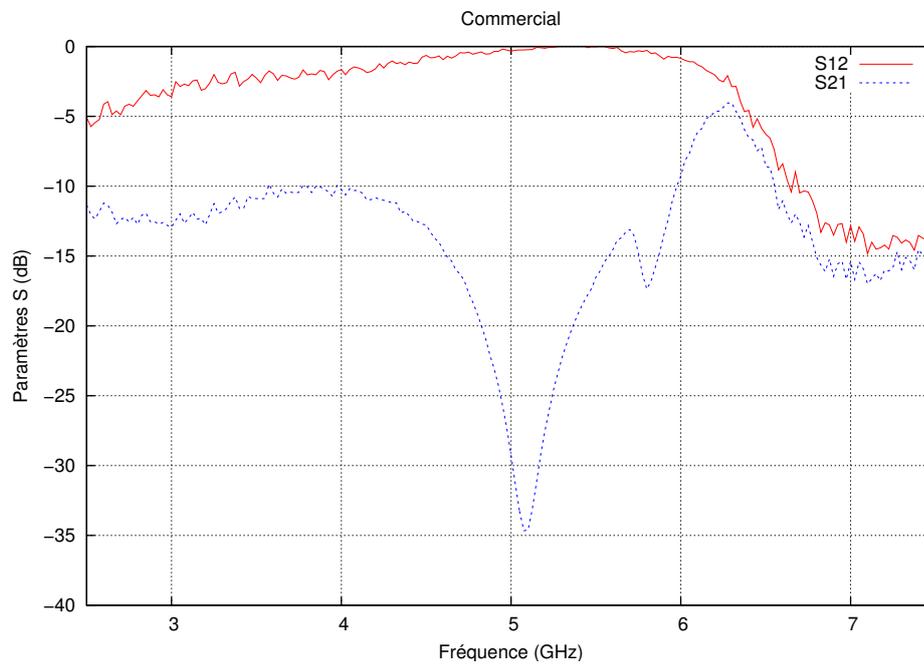


FIG. 2.2: Exemple de mesure de paramètres S sur un circulateur classique à ferrite proche tel que celui présenté figure 2.1.

2.1.1.1.1 Pertes d'insertion Selon la fréquence, les principaux facteurs de pertes sont différents. Dans les circulateurs usuels Y, aux alentours de 26 GHz, les principaux facteurs de pertes sont [51, 73] :

- les pertes magnétiques ΔH (l'énergie de l'onde hyperfréquence est absorbée par le réseau via les spins).
- les pertes conducteur, qui augmentent avec la fréquence (les conducteurs réels présentent une certaine résistivité, et une épaisseur de peau qui diminue avec la fréquence).
- les pertes diélectriques $\tan \delta$, généralement très faibles pour les ferrites utilisés.

Afin de situer les ordres de grandeurs pour les circulateurs usuels, les paramètres du ferrite YIG monocristallin sont les suivants [51] :

- $\Delta H = 800$ A/m (soit $\Delta H = 10$ Oe) pour une fréquence de résonance ferromagnétique à 10 GHz
- $\tan \delta = 2 \times 10^{-4}$

Les adaptations d'impédances sont cruciales pour obtenir des pertes d'insertion acceptables, une mauvaise adaptation causant des pertes d'insertion dues aux réflexions aux ports bien plus importantes que les pertes intrinsèques listées ci-dessus (1.78).

Un circulateur doit présenter des pertes inférieures à 3 dB pour présenter un intérêt : dans le cas contraire, d'autres solutions techniques (coupleurs hybrides par exemple) seront préférées. Les circulateurs commerciaux actuels présentent des pertes d'insertion inférieures à 0,5 dB, voire à 0,25 dB.

2.1.1.1.2 Isolation L'isolation marque la rupture de symétrie du dispositif. Une isolation d'au moins 20 dB est généralement attendue dans les circulateurs commerciaux, ce qui signifie que le S_{ij} et le S_{ji} diffèrent de 20 dB.

L'isolation dépend directement de l'effet magnétique : sans effet magnétique, le dispositif est réciproque, et l'isolation est de 0 dB.

2.1.1.1.3 Largeur de bande La largeur de bande indique la plage de fréquence sur laquelle l'isolation correspond aux spécifications (20 dB). Il est plus facile d'avoir un dispositif large bande lorsque l'effet magnétique est fort, c'est-à-dire que le moment à saturation M_S est élevé et que le champ de polarisation H est fort.

Les circulateurs large bande souffrent généralement de pertes d'insertion plus fortes que les circulateurs en bande étroite, car l'adaptation d'impédance dépend de la fréquence et elle joue un rôle important sur les pertes d'insertion.

Les circulateurs large bande atteignent l'octave, c'est-à-dire que l'isolation et les pertes d'insertion restent acceptables sur une amplitude de fréquence égale à 50% de la fréquence centrale.

2.1.1.1.4 Tenue en puissance La tenue en puissance est un facteur clé pour les circulateurs utilisés dans les radars classiques, qui supportent des émissions de signaux de quelques kilowatts voire quelques mégawatts crête. Avec l'apparition d'antennes actives sur les radars, où la puissance est répartie sur plusieurs milliers de modules d'émission réception, chaque module nécessite moins de puissance que le module unique d'un radar classique. Les circulateurs de puissance restent cependant indispensables sur les équipements que l'on trouve dans les accélérateurs de particule par exemple.

2.1.1.2 Environnement et intégration

Les circulateurs actuels présentent des caractéristiques techniques suffisantes pour répondre à la plupart des besoins, mais leur utilisation au sein de dispositifs commerciaux met en évidence quelques limitations, à savoir le coût de fabrication, d'intégration et l'encombrement.

Le coût des circulateurs est un paramètre majeur dans les dispositifs à antenne active, contenant plusieurs milliers de circulateurs. Il peut être décomposé en coût de fabrication des ferrites, et en coût d'intégration. Sur un module d'émission-réception, la plupart des composants sont intégrés facilement sur la carte électronique, et souvent seul le circulateur pose problème, au sens où son intégration n'est pas compatible avec les procédés standards de réalisation électronique. De plus, alors que la taille des composants électroniques a pu être réduite de plusieurs ordres de grandeur depuis les années 1950, la taille du circulateur associé n'a guère décliné significativement que grâce à l'apparition des circulateurs à constantes localisées, limités à des fréquences basses. Les circulateurs à ferrites traditionnels nécessitent une polarisation externe, obtenue à l'aide d'aimants permanents, ce qui augmente le volume du dispositif et complique l'intégration.

2.1.1.3 Intérêt des recherches sur de nouvelles technologies de circulateurs

De nouvelles technologies de circulateurs doivent être explorées afin de répondre aux besoins d'encombrement réduit, d'intégration facilitée et bas coût, de réalisation bon marché. Ces nouvelles technologies permettront, et permettent déjà dans les produits haut de gamme, d'intégrer des circulateurs miniatures dans des téléphones mobiles [103] ou des véhicules. Dans les

téléphones, les circulateurs sont utiles pour la visioconférence, qui requiert d'émettre et de recevoir simultanément en haut débit. Dans les véhicules, ils pourront être utilisés dans les radars d'assistance à la conduite.

2.1.2 Premier aperçu des technologies utilisées industriellement

Les fréquences et les puissances d'utilisation conditionnent le choix de la technologie (figure 2.1).

Lorsque le dispositif est petit devant la longueur d'onde, la technologie par éléments localisés consiste à utiliser des capacités, des inductances, et à les connecter : elle s'inscrit dans la continuité de l'électronique basse fréquence. Quand le dispositif devient commensurable à la longueur d'onde, il n'est plus possible de séparer les champs électrique et magnétique, on parle alors de circuits à constantes réparties.

La technologie par guide d'onde consiste à propager une onde électromagnétique dans un guide métallique creux.

Structure	Fréquence (GHz)	Bande passante	Puissance (W)		Pertes d'insertion (dB)
			moyenne	crête	
Localisée	0,03-3	5-100%	1-500	10-2000	0,3-0,6
Triplaque	0,2-26	5-150%	1-2500	10 - 40 000	0,1-0,5
Microruban	1-100	5-40%	1-50	10-20	0,2-0,8
Guide d'onde rectangulaire	0,35-300	10-40%	10-1000	10-6000	0,05-0,3
Guide d'onde cannelé	4-18	10-100%	10-300	10-1000	0,2-0,6
Commutateur rémanent	3-100	10-50%	1-100	10-1000	0,1-1

TAB. 2.1: Technologies, fréquences, puissances et performances, d'après [41].

Les caractéristiques détaillées de circulateurs à ferrites disponibles sur le marché sont présentées en annexe C.

2.1.3 Circulateur à constantes localisées

Les circulateurs à constantes localisées sont apparus dès les années 1960 [59], ils permettent de réduire l'encombrement du coeur du circulateur (figure 2.3) et sont toujours aujourd'hui des solutions intéressantes à basse fréquence

[70, 77]. Toutefois, pour des fréquences supérieures à 2 GHz, les pertes et les couplages parasites pénalisent fortement ces circulateurs : des pertes d'insertion inférieures à 1 dB pour une isolation de 25 dB sont encore possibles à 3 GHz sur une bande passante de 3%, mais les pertes d'insertion atteignent 2,2 dB pour une isolation de 12 dB à 13,68 GHz [77]. La réalisation de circulateurs en constantes localisées est cependant délicate, et des technologies de réalisation à moindre coût sont recherchées. Parmi les voies de recherche, les ferrites cofritables à basse température pourraient déboucher sur une technologie de circulateurs à constantes localisées à très bas coût.

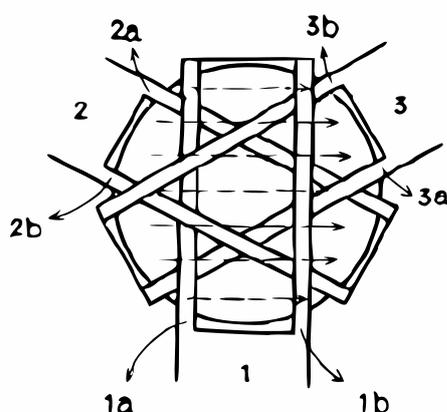


FIG. 2.3: Cœur d'un circulateur à constantes localisées, d'après [59].

2.1.4 Ferrites cofritables à basse température

Le coulage en bande permet d'obtenir des matériaux céramiques sous forme de ruban épais ($100 \mu\text{m}$). L'intégration de tels rubans de ferrites avec des conducteurs est recherchée dans les circulateurs à constantes localisées. Les ferrites utilisés dans les circulateurs sont généralement frittés, c'est-à-dire que les agglomérats granulaires constituant les ferrites bruts sont consolidés par action de la chaleur. Le cofritage consiste à réaliser une opération de frittage sur un volume contenant plusieurs matériaux différents : on peut ainsi envisager de fritter en une seule fois un ensemble contenant des conducteurs et des rubans de ferrites, ce qui permet de réduire les coûts d'intégration des circulateurs à constantes localisées par exemple. La température de frittage des ferrites usuels est cependant significativement plus élevée (de l'ordre de 1500°C) que celle des conducteurs classiques (l'argent fond à 962°C , l'or à 1064°C et le cuivre à 1063°C) utilisés dans les dispositifs : le cofritage entraîne alors des phénomènes de diffusion indésirables. Disposer de ferrites

cofrittables à basse température permet d'incorporer facilement des conducteurs au sein de ferrites sans problème de diffusion, et permet la réalisation de circulateurs et de circuits compatibles avec de nombreuses techniques d'assemblage (technologie *Flip-Chip*, *wire bonding*) et de connexion au circuit externe (BGA, pour *Ball Grid Array*) [28].

Diélectrique magnétique de choix, le grenat d'yttrium-fer (YIG) nécessite des températures de 1500°C lors de sa fabrication, cette haute température constitue le principal handicap à une production de masse. Réduire la température maximale requise permet d'abaisser les coûts de fabrication et d'investissement dans l'appareil de production, mais aussi d'obtenir grâce à des tailles de grains plus petites un meilleur compromis entre tenue en puissance (fort ΔH_K) et faibles pertes à bas niveau de puissance (faible ΔH_{eff}). L'abaissement de la température autorise le cofrittage avec un métal ou un diélectrique, permettant une intégration plus efficace et moins coûteuse lors de la fabrication de circulateurs à éléments localisés ou de circulateurs mêlant un cœur de ferrite et une couronne de diélectrique.

Le grenat de bismuth-fer est obtenu sous des températures de l'ordre de 1050°C, au prix toutefois de performances dégradées : alors que le fer et l'yttrium sont de rayons comparables, le rayon ionique du bismuth est plus important et déforme la maille cristalline du matériau, ce qui facilite l'apparition de défauts. À la fin des années 1990, la substitution partielle d'atomes d'yttrium par des atomes de vanadium [67], de bismuth [93] permettait d'obtenir des ferrites frittées à plus basse température que le YIG, mais aux propriétés dégradées. La substitution partielle de l'yttrium par le cuivre est également envisageable [42], et une substitution mixte cuivre-yttrium faisait toujours l'objet de recherches actives en 2006 [79].

Néanmoins, les ferrites cofrités requièrent toujours une polarisation externe, et les recherches doivent se poursuivre afin de disposer d'un jeu de matériaux compatibles, c'est-à-dire pouvant être cofrités ensemble, parmi lesquels il sera possible de choisir un conducteur, un ferrite, voire un matériau autopolarisé et un diélectrique. Un abaissement supplémentaire de la température de cofrittage des grenats permettrait d'utiliser ceux-ci avec les matériaux déjà développés pour les technologies LTCC (Low Temperature Co-fired Ceramics), et ainsi de réaliser des circulateurs à très bas coût. Dans le cas contraire, il faudrait étudier et développer d'autres composés afin de disposer d'un jeu de matériaux similaire à plus haute température.

2.1.5 Circulateurs en couches minces

Afin de faciliter l'intégration des circulateurs, l'utilisation de couches minces en remplacement des ferrites massifs est étudiée depuis plusieurs années [11, 51, 110].

Certaines hypothèses généralement admises pour les circulateurs à ferrite massifs ne peuvent s'appliquer aux dispositifs de faible épaisseur. Notamment, Bosma, Fay et Comstock négligent les pertes conducteurs devant les pertes magnétiques et diélectriques dans les circulateurs à ferrite épais [13, 33]. Dans un circulateur utilisant une couche mince de qualité comparable aux ferrites massifs, comme une couche mono-cristalline de YIG, les pertes conducteurs sont prépondérantes [11, 51]. Les pertes d'insertion dues au circulateur lui-même et à l'ensemble circulateur et transformateurs quart d'onde sont calculées par How [51] pour une couche de YIG à 9,3 GHz et présentées figure 2.4. La qualité du métal des conducteurs est primordiale, de même que l'épaisseur de métal : lorsque l'épaisseur de métal devient commensurable à l'épaisseur de peau, le calcul des pertes est sensiblement différent, car l'épaisseur de peau δ_{peau} n'est plus la grandeur pertinente, elle est remplacée par une quantité effective définie par [52, 66] :

$$\delta_{eff} = \delta_{peau} \cdot \coth \left(\frac{\text{épaisseur}}{\delta_{peau}} \right)$$

Dans le cas d'un circulateur dont l'épaisseur de YIG serait de 20 microns, les pertes d'insertion du dispositif avec transformateur quart d'onde atteignent plus de 4 dB à 9 GHz, ce qui est rédhitoire pour les applications industrielles.

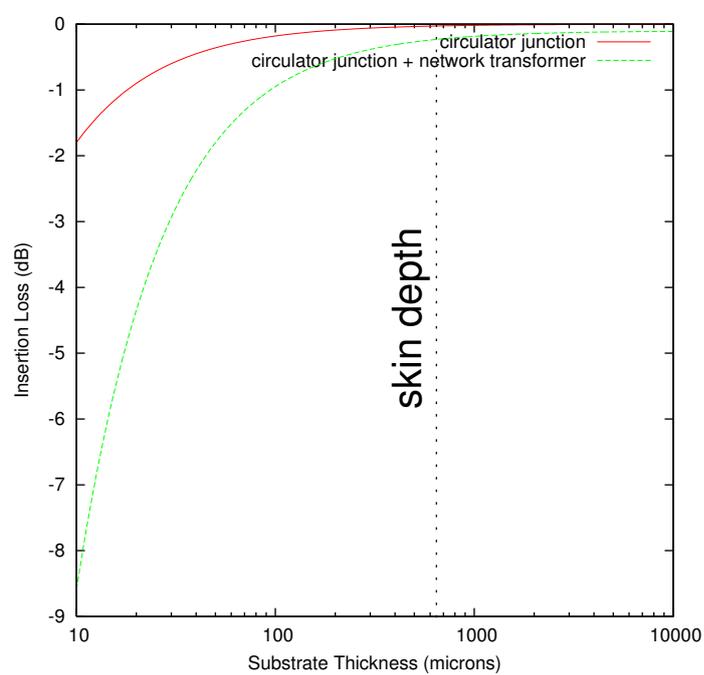


FIG. 2.4: Pertes d'insertion d'un circulateur à couche mince de YIG en fonction de l'épaisseur, à une fréquence de 9,3 GHz et avec une épaisseur de peau de 680 nm, d'après How [51].

2.1.6 Circulateurs autopolarisés

Des matériaux ferrites autopolarisés tels que certains hexaferrites peuvent être utilisés pour réaliser des circulateurs [74, 96]. De tels dispositifs permettent d'obtenir en technologie microruban une isolation de plus de 20 dB pour des pertes d'insertion de 2 dB, sur une bande passante de 5% autour de 35 GHz [116]. Une des limitations de ces dispositifs est le compromis entre rémanence et pertes magnétiques : les hexaferrites à forte rémanence présentent de fortes pertes magnétiques [108]. Or, si le matériau n'est pas saturé, il convient de prendre en compte la saturation partielle car le tenseur de Polder ne s'applique plus [45], ce qui peut modifier significativement le fonctionnement d'un dispositif de type circulateur [46]. Enfin, le coût de fabrication de ce matériau reste élevé, et ne peut justifier à lui seul le remplacement des ferrites traditionnels par des hexaferrites.

Les pertes magnétiques et la non-saturation des hexaferrites sont donc toujours aujourd'hui au coeur de nombreuses études, sans que la technologie soit réellement disponible industriellement.

2.1.7 Circulateurs à ligne couplée à un matériau ferrite (FCL)

Une architecture utilisant une aimantation dans le plan du ferrite et non perpendiculaire au plan peut s'appliquer à des dispositifs de type circulateur, il s'agit de l'architecture FCL (*Ferrite Coupled Line*) où une ligne de transmission hyperfréquence est couplée à un ferrite (figure 2.5). Les prédictions théoriques laissent espérer des performances comparables sinon supérieures aux circulateurs à jonction Y, mais les résultats expérimentaux sont encore en net retrait, avec des pertes d'insertion proches de 5 dB pour une isolation de 10 dB [84].

L'écart entre mesure et simulation peut s'expliquer par la nouveauté de l'architecture, les différents paramètres ne sont donc pas encore parfaitement compris et ne sont donc pas tous correctement pris en compte dans les simulations. Les premiers résultats sont intéressants, mais les pertes d'insertion sont bien plus élevées que les niveaux tolérables dans les dispositifs industriels, et semblent inhérentes au principe même (la propagation dans les lignes).

2.1.8 Circulateurs à film magnétique métallique

L'utilisation de métal afin de remplacer les ferrites est étudiée, et une architecture inspirée des circulateurs FCL a été simulée [112]. Les résultats des simulations publiées en 2007 présentent cependant des pertes d'insertion

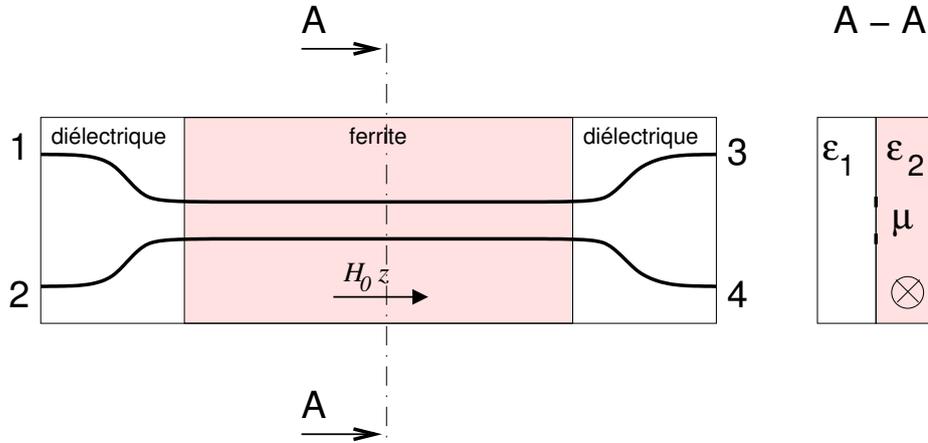


FIG. 2.5: Schéma d'un circulateur quatre ports à architecture FCL, d'après [84]

de 4 dB pour une isolation inférieure à 15 dB sur ce type de dispositif [112]. L'absence de résultat expérimental ne permet pas de conclure sur les performances réelles, vu les écarts constatés entre simulation et mesures sur la technologie FCL évoquée au paragraphe précédent.

2.1.9 Inclusions magnétiques dans un diélectrique

Des poudres nanocomposites à fort moment magnétique effectif, susceptibles de remplacer les ferrites, font également l'objet d'études actives [14, 15, 64, 69, 76]. Elles présentent sur un dispositif isolateur des pertes inférieures à 2 dB pour une isolation de 25 dB sous un champ de 240 kA/m (soit 3 kOe) [65]. Un champ de polarisation externe est cependant toujours requis. La tenue en puissance de ces matériaux reste à étudier : s'ils supportent de fortes puissances, ils pourraient à terme être utilisés dans des circulateurs ne nécessitant pas de très faibles pertes d'insertion.

Ces dispositifs nécessitent encore une polarisation externe, mais il est possible d'envisager des inclusions métalliques magnétiques anisotropes orientées. Pour des formes allongées, l'aimantation tend à s'aligner selon la plus grande dimension, comme expliqué en 1.1.8. Des inclusions métalliques magnétiques orientées selon la direction du champ externe appliqué usuellement permettent alors de se passer de ce champ externe. En effet, le champ démagnétisant est alors favorable à l'effet souhaité, contrairement aux ferrites isotropes plats qu'il est nécessaire de polariser pour garantir une aimantation perpendiculaire à la plus grande dimension macroscopique.

Des membranes chargées de nanofils métalliques magnétiques orientés perpendiculairement au plan de la membrane présentent donc a priori une

aimantation spontanée orientée perpendiculairement à la membrane, et permettent d'obtenir un moment à la rémanence quasi-égal au moment à saturation, contrairement à tous les ferrites magnétiques isotropes de forme plane. Ce matériau idéal existe : de telles membranes chargées de nanofils font l'objet de cette thèse. Ce raisonnement s'applique pourvu que les interactions entre nanofils soient faibles devant le champ démagnétisant au sein d'un nanofil.

2.2 Membranes chargées de nanofils

Des inclusions métalliques anisotropes convenablement orientées au sein d'un diélectrique permettent d'obtenir en l'absence de champ extérieur une orientation choisie de l'aimantation. Une membrane diélectrique comportant des nanofils magnétiques perpendiculaires au plan de cette membrane (figure 2.6) constitue alors un matériau dont l'aimantation à la rémanence est orientée perpendiculairement aux plus grandes dimensions de ce matériau. L'effet démagnétisant permet alors d'avoir une fréquence de résonance ferromagnétique f_{FMR} non nulle en l'absence de champ appliqué (1.1), et sa contribution à f_{FMR} s'ajoute à celle d'un champ appliqué éventuel.

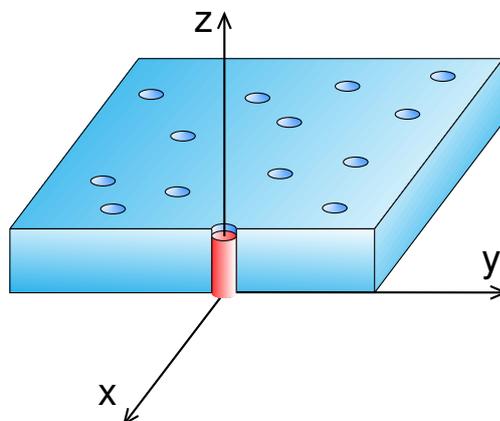


FIG. 2.6: Membrane chargée de nanofils

2.2.1 Réalisation de membranes chargées de nanofils

2.2.1.1 Réalisation de membranes nanoporeuses

Des membranes de polymère de quelques dizaines de microns d'épaisseur spécialement traitées [38] sont irradiées sous vide (10^{-2} mbar, soit 1 Pa) à tem-

pérature ambiante dans un cyclotron, tel que présenté figure 2.7. La plupart des résultats obtenus à ce jour concernent des membranes de polycarbonate, mais d'autres matériaux sont envisageables, tels que le polyimide. Les membranes utilisées dans cette thèse sont en polycarbonate, dont nous mesurons les caractéristiques diélectriques au chapitre 3. Typiquement, les membranes de polycarbonate sont irradiées par des ions Ar^{9+} d'énergie 220 MeV (soit pour l'argon 5,5 MeV par unité de masse atomique), d'autres ions plus lourds pouvant être utilisés au GANIL¹.

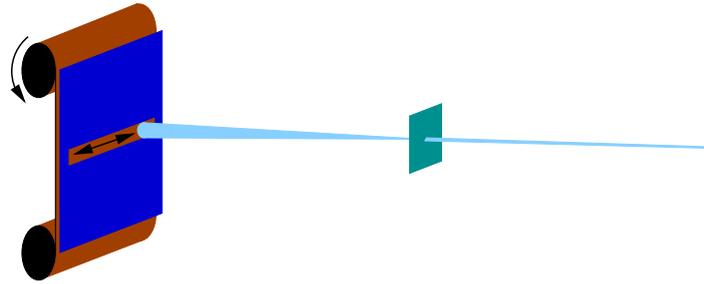


FIG. 2.7: **Irradiation des membranes.** Le faisceau d'ions est dispersé par une feuille d'inox. Le faisceau ainsi élargi est balayé horizontalement à 50 Hz pour frapper une fenêtre de 50 cm de large par 5 cm de haut située à 6 m de la feuille d'inox, et derrière laquelle la membrane défile en continu, passant d'un rouleau à l'autre.

Après irradiation, les membranes sont exposées à un rayonnement ultraviolet, ce qui accroît la réactivité des traces à l'attaque chimique suivante, sans altérer la bonne tenue du polycarbonate massif [34]. L'attaque chimique elle-même est constituée de plusieurs bains successifs à température contrôlée, dans des solutions aqueuses de peroxyde d'hydrogène, de soude caustique et d'acide acétique [24, 36]. Le rayonnement et les bains doivent être particulièrement bien maîtrisés pour garantir la qualité des membranes [36], dont le diamètre a pu être choisi lors des différents traitements entre 30 nm et 300 nm, pour une porosité comprise entre 10^6 et 5×10^9 pores par centimètre carré dans le cadre de cette thèse. Les membranes de polycarbonate amorphe sont préférées aux membranes polycristallines, car elles permettent d'obtenir une qualité de surface des nanofils meilleure [35] et donc des pertes magnétiques moindres (comme expliqué en 1.1.13). Les membranes utilisées ont été réalisées par l'équipe POLY de l'Université Catholique de Louvain-La-Neuve (UCL).

Cette méthode, appelée procédé *track etch*, aboutit à une répartition de nanopores aléatoires, la distance entre deux pores voisins pouvant être nulle. Il est possible d'adapter ce procédé pour obtenir un motif régulier et contrôlé,

¹Grand Accélérateur National d'Ions Lourds : Cyclotron situé à Caen, en France.

en envoyant un ion à la fois sur la membrane, sans diffuser le faisceau, et en choisissant la position de la trace de l'ion suivant [40]. Cette méthode est toutefois infiniment plus lente que la précédente, et ne permet pas d'obtenir dans un délai raisonnable des échantillons d'un centimètre carré comportant 10^9 pores : chaque échantillon nécessiterait au moins 11 jours d'exposition dans le synchrotron, contre quelques secondes avec la méthode conventionnelle.

2.2.1.2 Remplissage des membranes nanoporeuses

Après le dépôt d'un plan d'or sur les membranes nanoporeuses, celles-ci sont ensuite remplies par électrodéposition, suivant le schéma présenté figure 2.8. Le plan conducteur joue alors le rôle de cathode.

Un choix adéquat des ions en solution aqueuse et du potentiel d'électrodéposition permet de réaliser des nanofils de nickel, plomb, étain, cobalt dont la direction d'anisotropie est contrôlée [20, 22, 23], ainsi que des nanofils en alliage de fer nickel, cobalt fer, ou encore cobalt platine [80]. Les membranes utilisées tout au long de cette thèse ont été remplies par l'équipe PCPM de l'UCL.

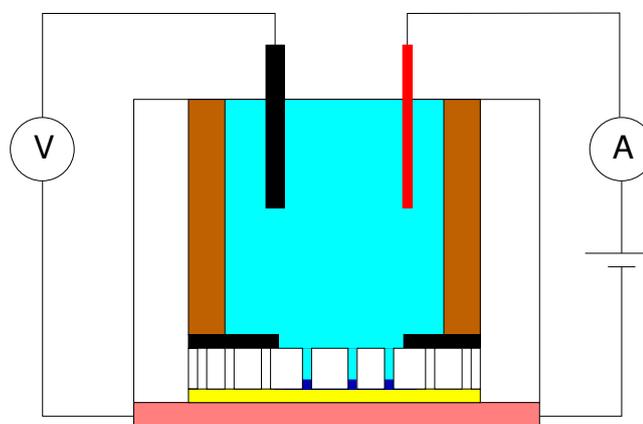


FIG. 2.8: **Remplissage des membranes par électrodéposition.** La couche d'or déposée sur la membrane est en contact direct avec la cathode. L'anode est plongée dans l'électrolyte, dont les ions métalliques se déposent sur la couche d'or au fond des pores accessibles via la découpe du joint. Le joint est serré entre la membrane et la partie amovible de la cellule d'électrodéposition, il évite le décollement de la membrane par rapport à la cathode et l'infiltration d'électrolyte sous la couche d'or de la membrane. Le potentiel de dépôt est contrôlé et la quantité d'ions déposés est mesurée par la charge traversant le circuit anode/électrolyte/cathode/générateur.

2.2.2 État des recherches sur les membranes chargées de nanofils métalliques magnétiques

Les premières études sur les membranes de polymères chargées de nanofils métalliques magnétiques dans les années 1990 concernaient la magnéto-résistance géante [81], toujours étudiée à ce jour [72]. Avec la disponibilité commerciale des membranes nanoporeuses, d'autres études sur ces matériaux ont commencé, mais l'élaboration des nanofils dans la membrane est un processus toujours en cours d'études à ce jour [92]. Des applications de tels matériaux à des dispositifs hyperfréquences ont été envisagées ces dix dernières années (par exemple : des filtres accordables [53]). Nous nous intéressons aux propriétés magnétiques statiques et aux propriétés hyperfréquences de ces matériaux. Voici une synthèse des principaux résultats applicables dans le cadre de cette thèse.

2.2.2.1 Rémanence, porosité et interaction dipolaire

On notera P la porosité de la membrane, soit le volume de nanopores rapporté au volume total de membrane avant irradiation.

Les mesures de cycle d'hystérésis sur des membranes chargées de nanofils de nickel ou de cobalt indiquent que pour des diamètres de taille inférieure à 40 nm, et pour des porosités inférieures à 4%, le moment à la rémanence est quasi égal au moment à saturation [47, 48]. L'influence du diamètre à très faible porosité reste à étudier, par contre de plus fortes densités font s'effondrer le moment à la rémanence [31] : le moment magnétique à la rémanence peut descendre à moins de 20% du moment magnétique à saturation pour des densités de 27% en nanofils de nickel de 100 nm de diamètre.

Pour des porosités inférieures à 4%, et pour des diamètres inférieurs à 50 nm, on pourra donc faire l'approximation suivante :

$$\frac{M_R}{M_S} = 1 \quad (2.1)$$

Notons que dans le cas du premier dispositif à nanofil déjà présenté plus haut [89], ce ratio vaut 0,96.

Le champ dipolaire dépend fortement de la porosité [31]. Une étude théorique en accord avec des mesures qualitatives permet de quantifier la contribution du champ dipolaire [32] à la réponse magnétique des échantillons. Le champ dipolaire se combine au champ d'anisotropie ce qui donne globalement :

$$H_{eff} = \frac{1}{2}M_S(1 - 3P) \quad (2.2)$$

2.2.2.2 Fréquence de résonance ferromagnétique

Pour des membranes de forte porosité, le moment à la rémanence est nul [31], et la fréquence de résonance ferromagnétique (FMR) à champ nul est alors donnée [30, 32, 44] par la formule :

$$\frac{\omega_{FMR}}{\mu_0\gamma} = \frac{1}{2}M_S \text{ pour } \frac{M_R}{M_S} \ll 1$$

Lorsque le moment magnétique à la rémanence est quasi-égal au moment à saturation, comme c'est le cas pour des membranes de faible porosité [47, 48], la FMR dans le cas d'un métal isotrope est donnée par [30] :

$$\frac{\omega_{FMR}}{\mu_0\gamma} = \frac{1}{2}M_S (1 - 3P) \quad (2.3)$$

Cette formule est toutefois incomplète si le métal possède une forte anisotropie magnétocristalline tel le cobalt, un terme supplémentaire traduisant cette anisotropie doit alors être introduit :

$$\frac{\omega_{FMR}}{\mu_0\gamma} = \frac{1}{2}M_S (1 - 3P) + H_U \quad (2.4)$$

où la valeur théorique de H_U est de 620 kA/m (soit 7,8 kOe) dans le cas du cobalt anisotrope d'axe c orienté selon l'axe des nanofils [22, 23] (à comparer à $\frac{1}{2}M_{S_{Co}} = 684$ kA/m soit $2\pi M_{S_{Co}} = 8,6$ kGauss). Toutefois, la valeur théorique n'est pas toujours celle du matériau réalisé, l'orientation des nanofils devant être bien contrôlée [20, 21].

2.2.2.3 Pertes magnétiques

Les pertes magnétiques d'un métal sont très dépendantes de la nature mais aussi de la qualité du matériau [82]. La mesure de ΔH pour un même métal dépend de la forme de l'échantillon mesuré [12, 114]. Dans le cas de cylindres métalliques, les largeurs de raie ΔH relevées sont de l'ordre de 24 kA/m (soit 300 Oe) à 20 GHz dans le cas du nickel et 12 kA/m (soit 150 Oe) à 40 GHz dans le cas du cobalt [12].

Les pertes relevées sur les membranes chargées de nanofils sont plus importantes, de l'ordre de 160 à 240 kA/m (soit 2000 à 3000 Oe) entre 10 et 30 GHz [23, 78].

2.2.2.4 Paramètres diélectriques

La permittivité diélectrique intervient dans le calcul de la fréquence de travail et dans le calcul des pertes d'insertion des dispositifs qui nous inté-

ressent au chapitre 4. Il convient donc de connaître les paramètres diélectriques des deux principaux constituants d'une membrane chargée de nanofils : le polymère de la membrane et le métal des nanofils.

Le polymère employé dans cette thèse est du polycarbonate. Sa constante diélectrique ϵ'_{PC} est de $3 \pm 0,2$, et il présente de faibles pertes sous la forme d'un matériau massif [86] avec une tangente de pertes diélectriques $\tan \delta_{PC}$ inférieure à 10^{-4} , alors que de fortes pertes diélectriques de l'ordre de 0,05 ont été mesurées sur les membranes de polycarbonate avant remplissage [89, 90]. Cet écart motive l'étude des méthodes de caractérisation diélectriques du chapitre 3.

D'après la formule de Maxwell Garnett [68] généralisée à des inclusions ellipsoïdales anisotropes dans un milieu anisotrope [97] [Sihvola 1997] :

$$\overline{\overline{\epsilon_{eff}}} = \overline{\overline{\epsilon_e}} + f \cdot (\overline{\overline{\epsilon_i}} - \overline{\overline{\epsilon_e}}) \cdot \left[\overline{\overline{\epsilon_e}} + (1 - f) \cdot \overline{\overline{N}} \cdot (\overline{\overline{\epsilon_i}} - \overline{\overline{\epsilon_e}}) \right]^{-1} \cdot \overline{\overline{\epsilon_e}} \quad (2.5)$$

où $\overline{\overline{\epsilon_{eff}}}$ est le tenseur de permittivité du matériau effectif, calculé à partir de la fraction f d'inclusions de permittivité $\overline{\overline{\epsilon_i}}$ dans la matrice de permittivité $\overline{\overline{\epsilon_e}}$, $\overline{\overline{N}}$ est calculé d'après la forme ellipsoïdale des inclusions.

La membrane vide est supposée isotrope, et l'on suppose le métal isotrope d'un point de vue diélectrique. Les nanofils étant des cylindres, on peut écrire

$$\overline{\overline{N}} = \begin{pmatrix} N_p & 0 & 0 \\ 0 & N_p & 0 \\ 0 & 0 & N_z \end{pmatrix}$$

où N_p est proche de $\frac{1}{2}$ et N_z voisin de 0, vérifiant $2 \cdot N_p + N_z = 1$.

L'application de la formule (2.5) aboutit à déterminer une valeur ϵ_z pour des membranes chargées :

$$\epsilon_z = \epsilon_{PC} \cdot \left(1 + \frac{f \cdot (\epsilon_i - \epsilon_{PC})}{\epsilon_{PC} + (1 - f) \cdot (\epsilon_i - \epsilon_{PC})} \cdot \frac{1}{N_z} \right) \quad (2.6)$$

Il est possible d'utiliser une formule asymptotique pour N_z en fonction du diamètre et de la hauteur des nanofils, mais cette démarche ne permet pas d'aboutir à un résultat cohérent.

Un autre modèle a été proposé par l'équipe d'UCL [88, 91], modélisant le nanofil dans la membrane par une résistance et une capacité, comme l'illustre la figure 2.9.

L'expression de ϵ_z d'après ce modèle s'écrit [88, 91] :

$$\epsilon_z = \epsilon_{PC} \cdot \left(1 - \sqrt{P} \right) + \epsilon_{air} \cdot \frac{\sqrt{P}}{1 - h_{nanofil}/h} \quad (2.7)$$

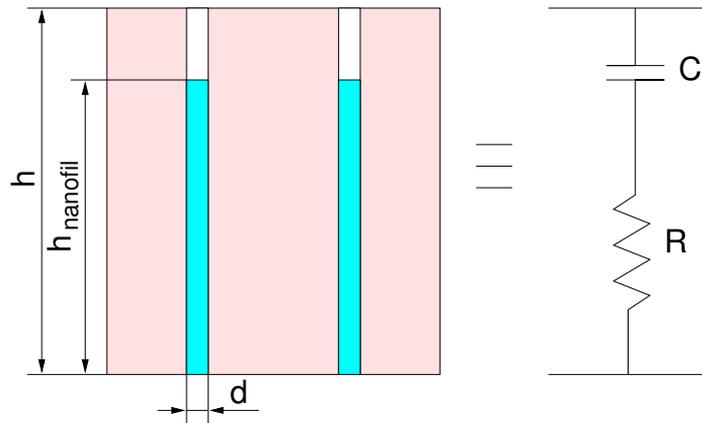


FIG. 2.9: Modélisation diélectrique simplifiée d'une membrane chargée de nanofils. Modèle RC.

où P est la porosité, soit le volume des pores rapporté au volume de membrane.

Par ailleurs, l'inclusion de particules métalliques ne peut qu'accroître les pertes des membranes chargées par rapport aux pertes intrinsèques des membranes vides.

2.2.3 Dispositif non-réciproque à membranes chargées de nanofils

Deux dispositifs non-réciproques pouvant fonctionner sans champ magnétique externe ont été publiés [89, 90]. Ces dispositifs sont constitués d'une membrane de nanofils non débouchants, par dessus laquelle le conducteur supérieur du circulateur microruban est évaporé, transposant la géométrie et les dimensions d'un masque de dépôt. Sous la membrane, le plan d'or ayant servi à l'électrodéposition des nanofils joue le rôle de plan de masse.

Le premier dispositif [89], dont le schéma et les dimensions caractéristiques sont détaillés en 3.1.3, présente un effet non-réciproque sur le mode TM_{110} à 15 GHz et sur le mode TM_{210} à 26 GHz (figure 2.10). La réponse en réflexion S_{11} est minimale autour du premier mode à 15 GHz, ce qui donne des pertes d'insertion de 10 dB pour une isolation de 3 dB, et le second mode de résonance vers 26 GHz qui présente une isolation beaucoup plus forte, de 30 dB, pour des pertes d'insertion de 20 dB. Le tracé des paramètres S en échelle linéaire montre que le premier mode de résonance est ici plus intéressant que le second : le second mode ne transmet quasiment pas le signal utile. En échelle linéaire, des pertes de 3 dB correspondraient à une valeur de 0,5.

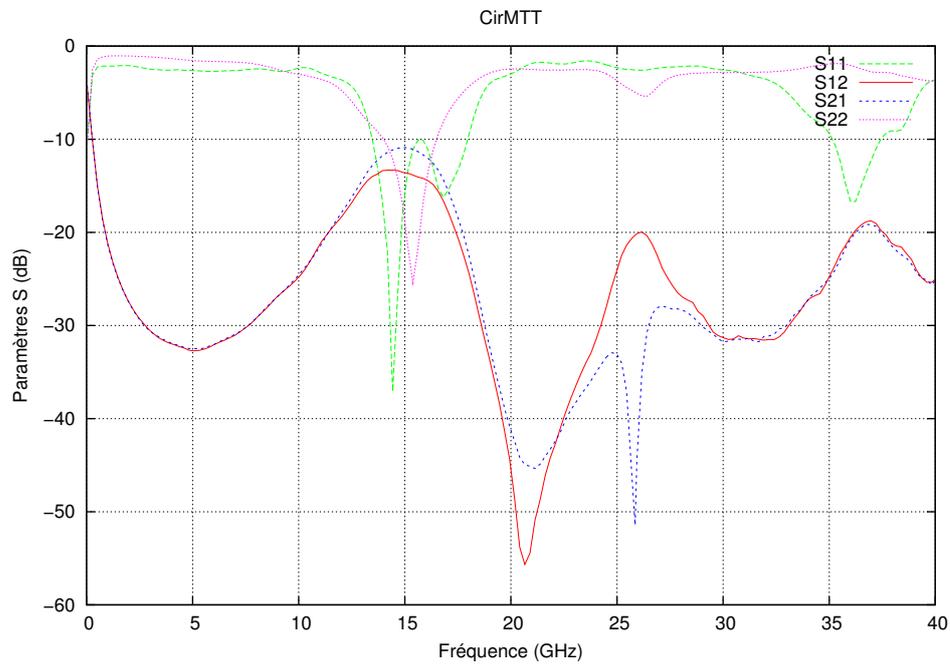


FIG. 2.10: Paramètres mesurés par UCL sur le premier dispositif non-réciproque à base de membrane de nanofils magnétiques de cobalt.

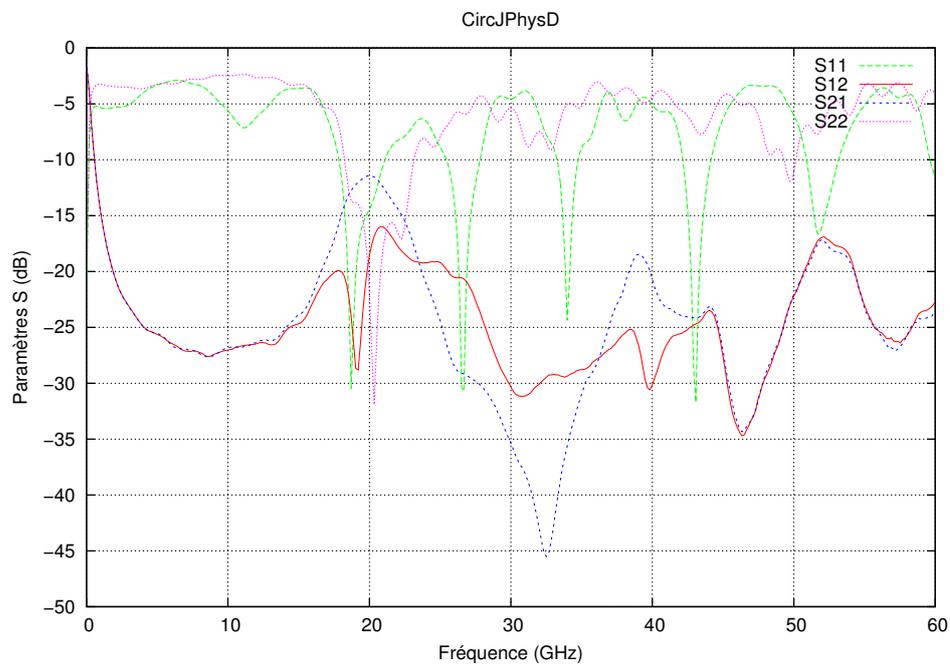


FIG. 2.11: Paramètres mesurés par UCL sur le second dispositif non-réciproque à base de membrane de nanofils magnétiques de cobalt-fer.

Dans le second dispositif [90], le minimum de réflexion S_{11} est obtenu vers 20 GHz avec des pertes d'insertion de 13 dB pour une isolation de 33 dB (figure 2.11).

Ces deux dispositifs à base de membranes chargées de nanofils magnétiques présentent un effet non-réciproque sans polarisation externe. L'hypothèse émise dans ces deux publications sur l'origine des pertes d'insertion met en cause d'une part les pertes diélectriques du polycarbonate, et d'autre part les pertes conducteurs [90]. Il est proposé dans la littérature de remplacer le polycarbonate par du polyimide pour minimiser les pertes diélectriques [89].

Nous proposons d'étudier les propriétés diélectriques du polycarbonate et du polyimide dans le chapitre 3, ainsi que les propriétés magnétiques, et celles liées aux plans conducteurs déposés sur les membranes.

Chapitre 3

Méthodes de caractérisation des membranes de nanofils magnétiques

Introduction

Dans le cadre de notre étude des dispositifs non-réciproques à membranes chargées de nanofils, il convient de caractériser avec précision les propriétés des membranes de façon à concevoir et obtenir des dispositifs aux performances optimales. Comme nous l'avons vu en 1.4 :

- le fonctionnement d'un dispositif non-réciproque est déterminé par sa géométrie et par les propriétés propres aux matériaux utilisés.
- pour un moment magnétique global fixé, les performances du dispositif sont alors limitées par les pertes dissipatives du matériau.
- les pertes sont d'origine diélectrique, magnétique, ou proviennent de la dissipation dans les conducteurs.
- la fréquence de travail d'un tel dispositif dépend de la géométrie et de la permittivité du matériau.

Dans ce chapitre nous nous attacherons à étudier les méthodes de mesures des propriétés diélectriques et magnétiques des membranes, afin d'appliquer la méthode la plus adaptée à nos échantillons. Les pertes liées aux plans conducteurs déposés sur ces membranes seront également déterminées.

3.1 Permittivité diélectrique

La fréquence de fonctionnement d'un circulateur à membranes chargées de nanofils et la contribution du polymère aux pertes d'insertion d'un tel dispositif dépendent de la permittivité diélectrique de ces membranes.

La permittivité est une grandeur complexe dont la partie réelle ϵ' rend compte de la vitesse de propagation de l'onde, et la partie imaginaire ϵ'' de la dissipation. Les membranes chargées sont composées de polymère et de nanofils métalliques cylindriques d'axe perpendiculaire à la membrane. Ces deux matériaux contribuent aux propriétés diélectriques globales.

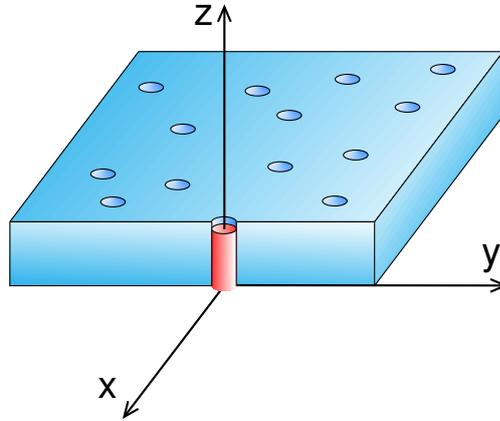


FIG. 3.1: Membrane chargée de nanofils : les cylindres métalliques sont tous orientés selon l'axe z .

Dans le cas des membranes définissant un plan xy , chargées de nanofils orientés selon l'axe z (figure 3.1), la présence de ces cylindres métalliques tous orientés selon la même direction engendre une forte anisotropie des paramètres diélectriques du matériau. La permittivité des membranes chargées de nanofils s'exprime alors sous la forme

$$\bar{\epsilon} = \begin{pmatrix} \epsilon_{plan} & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_{plan} & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_z \end{pmatrix} \quad (3.1)$$

où

$$\epsilon_i = \epsilon'_i - j \cdot \epsilon''_i \quad (3.2)$$

et

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (3.3)$$

L'application des conditions aux limites aux équations de Maxwell permet de déterminer les fréquences de résonance dimensionnelles, à partir de la

connaissance des dimensions du diélectrique et de ϵ' . La connaissance précise de ϵ' est donc cruciale pour la conception du dispositif. Dans un circulateur triplaque ou microruban dont le plan de masse est déposé selon un plan xy , le champ électrique est principalement colinéaire à z : c'est donc la composante ϵ'_z qui nous intéresse.

Les pertes diélectriques $\tan \delta$ contribuent à la détermination des pertes d'insertion du dispositif, élément critique dans la limitation des performances. Les pertes diélectriques $\tan \delta$ du polycarbonate ont souvent été présentées comme un des facteurs clés des pertes d'insertion des dispositifs non-réciproques à base de nanofils [89]. Les valeurs publiées [89] sont supérieures de deux ordres de grandeur aux pertes diélectriques des ferrites [51], c'est pourquoi il est essentiel d'étudier les propriétés diélectriques des différents polymères permettant la réalisation de membranes chargées.

Nous avons donc comparé les membranes de polycarbonate à des membranes de polyimide, des membranes de PVDF (PolyVinylidene DiFluoride, polymère ferroélectrique) et des membranes polymères de cristaux liquides Rogers R/flex3600 (matériau de référence pour les circuits hyperfréquences). La mesure de plusieurs polymères permet alors de choisir celui engendrant le moins de pertes d'insertion d'origine diélectrique.

Des méthodes à basse fréquence permettent de mesurer la constante diélectrique de membranes chargées. Une méthode de mesure large bande de permittivité complexe sur membranes chargées est discutée, mais les pertes diélectriques ne sont directement accessibles que sur des membranes vides, par des mesures en cavité. Ces méthodes de mesure de permittivité diélectrique des membranes sont comparées. Afin de pouvoir exploiter les mesures de pertes sur membranes vides, il convient d'évaluer la contribution des nanofils aux pertes diélectriques du matériau d'une part, ce qui nous conduit à donner quelques compléments sur la modélisation de la permittivité, et d'autre part de vérifier que les traitements chimiques subis par les membranes lors de l'irradiation, de la révélation et du remplissage par électrodéposition, ne modifient pas les caractéristiques du matériau.

Les techniques de mesure par pont LCR, par impédancemètre, par lignes, et par cavités résonantes ont été mises en oeuvre afin de couvrir un large spectre en fréquence, les recouvrements permettant de vérifier la validité des mesures par la continuité des paramètres physiques du matériau. Les valeurs obtenues par ces techniques étant particulièrement sensibles à l'épaisseur mesurée, il est nécessaire de mesurer celle des échantillons considérés avec précision.

3.1.1 Compléments sur la modélisation de la permittivité

Afin de préciser les relations entre les propriétés diélectriques des membranes vides et celles des membranes chargées, nous reprenons le modèle RC proposé par [88]. On définit $h_{nanofil}$, *diametre* et ρ comme étant respectivement la hauteur, le diamètre et la résistivité d'un nanofil. On définit h l'épaisseur de membrane, qui constitue donc la valeur maximale possible de $h_{nanofil}$. P désigne la porosité de la membrane, soit le volume de nanopores rapporté au volume total de membrane avant irradiation.

La résistance du nanofil est donnée par

$$R_{nanofil} = \frac{\rho \cdot h_{nanofil}}{\left(\frac{\pi \cdot diametre^2}{4}\right)} \quad (3.4)$$

où ρ est la résistivité du métal et *diametre* le diamètre du nanofil. La capacité entre l'extrémité du nanofil et la surface de la membrane est donnée par

$$C_{nanofil1} = \epsilon' \epsilon_0 \cdot \frac{S}{h - h_{nanofil}} \quad (3.5)$$

où ϵ' est égal à 1, puisque l'air occupe le volume situé au-dessus du nanofil, et $S = \left(\frac{\pi \cdot diametre^2}{4}\right)$. De même la capacité correspondant à une surface $\frac{S}{P}$ de membrane vide vaut

$$C_{membrane} = \epsilon'_{PC} \cdot \epsilon_0 \cdot \frac{S/P}{h} \quad (3.6)$$

La formule calculée avec ces expressions s'exprime sous la forme

$$\epsilon_z = \epsilon_{PC} \cdot (1 - P) + \epsilon_{air} \cdot \frac{P}{1 - h_{nanofil}/h} \quad (3.7)$$

où h est l'épaisseur de la membrane, et $h_{nanofil}$ la hauteur de remplissage des nanofils, P la porosité de la membrane.

Dans ce modèle, ϵ_z est une fonction linéaire en P , et non plus en \sqrt{P} comme dans (2.7). Cela s'explique par l'examen du calcul détaillé dans [88], où le modèle de porosité P est appliqué à deux dimensions, alors que dans notre cas P est un rapport de volumes. Dans l'étude de membranes chargées de nanofils, dont le volume de nanopores rapporté au volume total de membrane est noté P , c'est la formule (3.7) qui s'applique et non pas (2.7).

Dans ces formules l'effet de pointe est toutefois négligé. Si l'on considère le champ électrique entre l'extrémité du nanofil et la surface de la membrane, les lignes de champ passent également par le polymère, et tendent à s'y concentrer car ϵ' y est plus fort (figure 3.2).

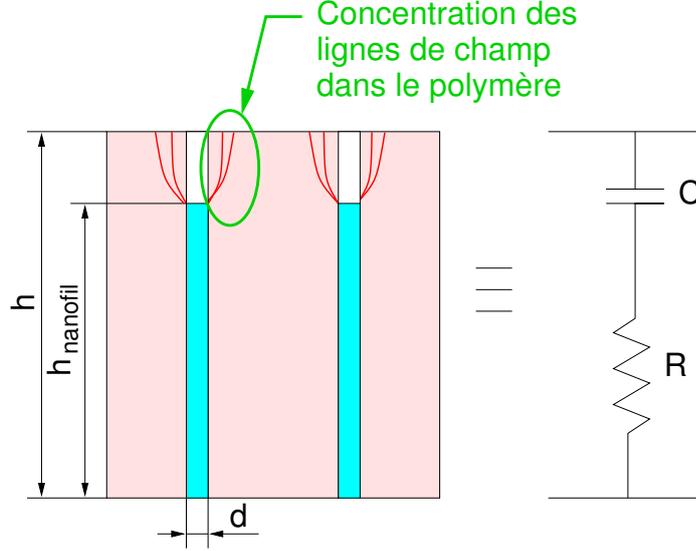


FIG. 3.2: Concentration des lignes de champ dans le polymère où ϵ' est plus élevé.

Il convient donc d'utiliser ϵ'_{PC} pour le calcul de la capacité supplémentaire $C_{nanofil2}$ s'ajoutant à $C_{nanofil1}$ et de choisir une surface S_2 correspondant à un anneau de diamètre intérieur égal à celui du nanofil, et de diamètre extérieur à estimer. Une première approximation consiste à remplacer la valeur du diamètre extérieur du nanofil par la valeur de la distance $h - h_{nanofil}$ pour calculer la surface dans 3.5. On a alors

$$C_{nanofil2} = \epsilon'_{PC} \epsilon_0 \cdot \frac{\frac{\pi}{4} (h - h_{nanofil})^2 - S}{h - h_{nanofil}} \quad (3.8)$$

Pour une hauteur de remplissage inférieure à 90% sur 21 microns, $h - h_{nanofil} > 2$ microns, ce qui est très grand devant le diamètre d'un nanofil. On peut donc négliger $C_{nanofil1}$ et la valeur S dans $C_{nanofil2}$.

Pour des membranes de 21 microns d'épaisseur remplies à 80% de nanofils de 30 nm de diamètre [90], en considérant un nanofil unique, avec $R = R_{nanofil}$ et $C = C_{nanofil2}$ où $S = 0$, la fréquence de coupure $1/RC$ selon ce modèle est de 6 THz avec une résistance du nanofil

$$R = \frac{6,24 \times 10^{-8} \cdot 0,8 \times 21 \times 10^{-6}}{\left(\frac{\pi \cdot 30^2 \cdot 10^{-18}}{4}\right)}$$

de 1,5 k Ω pour une capacité de $1,1 \times 10^{-4}$ pF.

Par ailleurs, le diamètre minimal des nanofils considérés (30 nm) est commensurable au libre parcours moyen des électrons (30 nm) [57], ce qui engendre une augmentation de la résistance du nanofil favorable à l'utilisation des membranes chargées comme diélectriques.

On peut donc considérer qu'à des fréquences inférieures au THz, les pertes diélectriques globales sont essentiellement causées par les pertes intrinsèques du polymère.

3.1.2 Incertitude sur l'épaisseur

Dans toutes les mesures ultérieures l'épaisseur joue un rôle majeur : les valeurs de permittivité calculées d'après les résultats bruts sont inversement proportionnelles à l'épaisseur (cas de mesures de capacité) ou varient dans des proportions comparables (mesures en cavité). Il est donc indispensable d'évaluer l'ordre de grandeur des incertitudes sur l'épaisseur des membranes mesurées.

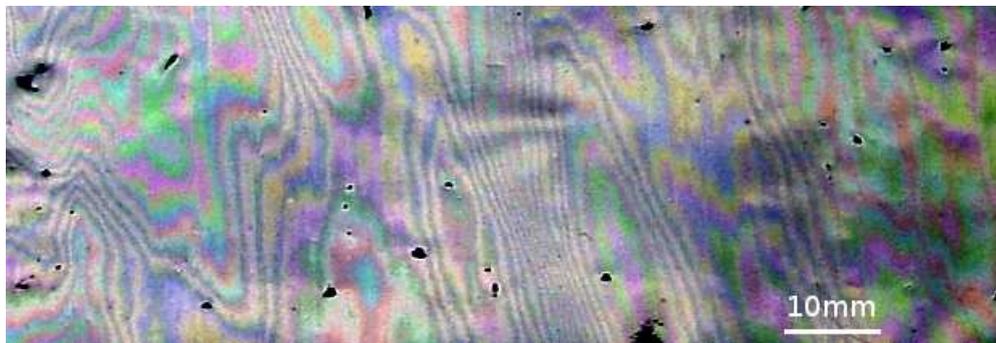


FIG. 3.3: Franges d'interférence de Newton sur l'échantillon PC21.

L'épaisseur des échantillons n'est pas homogène, comme le montrent les franges d'interférence figure 3.3. Une frange correspondant à une variation d'épaisseur d'une demi longueur d'onde, 7 franges bleues ($\lambda = 450 \text{ nm}$) successives séparées par des franges d'autres couleurs se succédant toujours dans le même ordre indiquent donc une variation d'épaisseur de 1,5 microns. Les épaisseurs globales des échantillons sont présentées dans la table 3.1, synthèse d'une collection de mesures locales. PC désigne des membranes de polycarbonate, PI des membranes de polyimide, PVDF des membranes de PVDF, et R/flex 3600 des membranes de film Rogers R/flex 3600.

Ces valeurs sont utilisées dans ce chapitre pour évaluer l'incertitude sur les mesures de paramètres diélectriques.

3.1.3 Mesures par pont LCR (1 kHz - 1 MHz)

Cette méthode permet de mesurer de manière précise à basse fréquence la permittivité ϵ' des membranes chargées ou non, à partir de la valeur de la

Échantillon	Traitement	Épaisseur (μm)		
		Min.	Typique	Max.
PC21	Aucun traitement	20,5	21,5	22
PC50	Aucun traitement	51	52	52,5
PCpores	Irradiation + révélation des nanopores	21	21,5	22
PCchem	Nanopores + attaque chimique	15,6	15,9	16
PCnw	Nanopores + nanofils	21	21,5	22
PI25	Aucun traitement	22,5	23	24
PI50	Aucun traitement	48	50	52
PVDF	Aucun traitement	15,5	16	16,5
R/flex3600	Plan de masse retiré	48	49,5	50

TAB. 3.1: Épaisseur des échantillons

capacité formée par le diélectrique métallisé. Cette valeur est pratiquement indépendante de la fréquence : il n'y a quasiment pas de mécanisme de relaxation dipolaire (1.1.3.1). Les valeurs obtenues par cette méthode pourront donc être utiles dans la gamme de fréquence utile pour les dispositifs (<100 GHz). Pour la mesure par pont LCR comme pour le fonctionnement d'un circulateur utilisant la membrane chargée de nanofils, le champ électrique est orienté perpendiculairement au plan de la membrane. La valeur de permittivité mesurée correspond donc à la valeur pertinente à prendre en compte lors de l'étude des circulateurs à base de membranes chargées de nanofils.

Le principe consiste à mesurer la capacité entre les plans conducteurs séparés par la membrane. La surface et l'épaisseur de membrane sont connues, ce qui permet de calculer les paramètres diélectriques correspondant à la capacité mesurée.

Les mesures par pont LCR ont été réalisées en collaboration avec l'équipe EMIC de l'UCL. La mesure peut être effectuée sans anneau de garde habituellement utilisé pour éviter les effets de bords, ceux-ci sont en effet négligeables en raison de la faible épaisseur de la capacité par rapport au diamètre du disque. L'un des principaux intérêts de cette mesure est qu'elle est applicable sur des dispositifs fonctionnels, et qu'elle n'est pas destructive.

La capacité est définie par la formule

$$C = \epsilon' \cdot \epsilon_0 \cdot \frac{S}{e} \quad (3.9)$$

où S est la surface du conducteur et e l'épaisseur de la membrane.

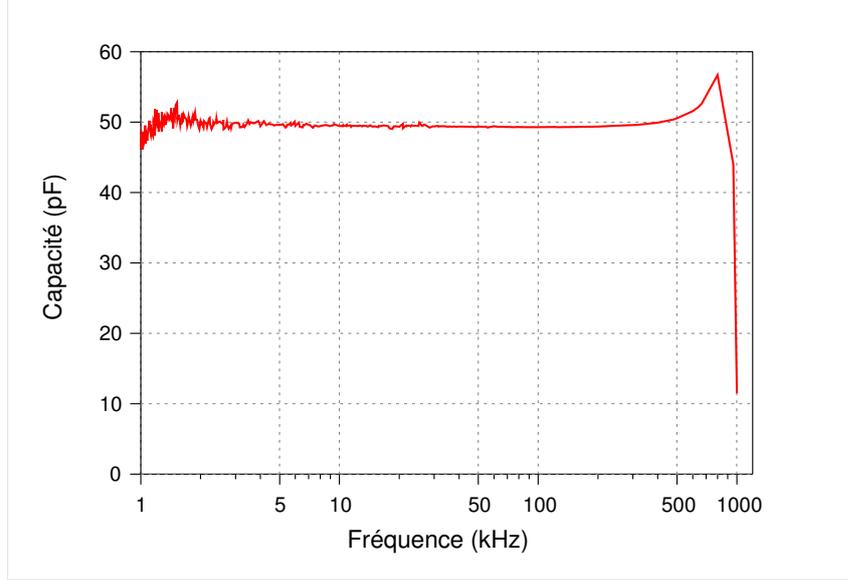


FIG. 3.4: Mesure de capacité par pont LCR. À basse fréquence le bruit observé est inhérent au principe de la mesure, tandis qu'à haute fréquence l'amorce d'une résonance d'appareillage est visible, ce qui est un pur artefact de la mesure sans lien avec les propriétés du matériau. La capacité est constante entre 1 kHz et 400 kHz.

Le premier dispositif à nanofils présenté [89] a été mesuré par pont LCR dans le cadre de cette thèse, et les résultats bruts de la figure 3.4 indiquent une capacité $C = 4,9 \times 10^{-11} \text{F}$.

Le disque a un diamètre $D = 5,00 \text{ mm}$, les extensions sont longues de $L = 2,893 \text{ mm}$ et larges de $W_a = 0,28 \text{ mm}$ [89] (figure 3.5).

La surface de la capacité est de

$$S = \pi \cdot \left(\frac{5,00 \times 10^{-3}}{2} \right)^2 + 3 \times 2,89 \times 0,28 \text{ m}^2 \quad (3.10)$$

pour une épaisseur

$$e = 21 \pm 1 \text{ microns} \quad (3.11)$$

ce qui nous permet de déduire

$$\epsilon' = 5,2 \pm 0,3 \quad (3.12)$$

3.1.4 Mesures à l'impédancemètre (1 MHz - 1 GHz)

Afin d'obtenir les paramètres diélectriques à fréquence intermédiaire, les échantillons ont été mesurés à l'impédancemètre.

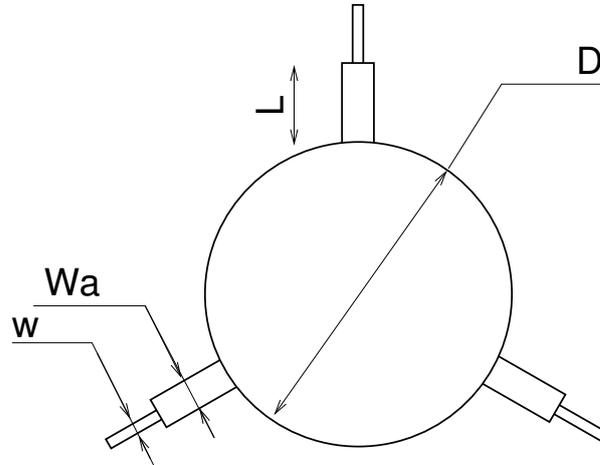


FIG. 3.5: Surface de conducteur du circulateur à nanofils [89] mesuré par pont LCR.

L'impédancemètre effectue une mesure de capacité réelle et imaginaire, où le substrat à mesurer constitue le diélectrique. Comme pour la mesure par pont LCR, le champ électrique lors de la mesure est normal au plan de la membrane mesurée, ce qui permet de mesurer la composante diélectrique utile dans la configuration de dispositifs non-réciproques à nanofils, et ainsi d'obtenir la composante diélectrique pertinente de membranes chargées ou non.

La notice [2] constructeur de l'impédancemètre indique une formule de calcul de la précision typique sur ϵ' et $\tan \delta$ pour $\tan \delta < 0,1$ et pour des fréquences inférieures à 1 GHz :

$$\frac{\Delta \epsilon'}{\epsilon'} \cdot 100 = 5 + \left(10 + \frac{0,04}{f}\right) \frac{t}{\epsilon'} + 0,25 \cdot \frac{\epsilon'}{t} + \frac{100}{\left|1 - \left(\frac{13}{f\sqrt{\epsilon'}}\right)^2\right|} \quad (3.13)$$

$$\Delta \tan \delta = E_a + E_b \quad (3.14)$$

$$E_a = 0,002 + \frac{0,0004}{f} \cdot \frac{t}{\epsilon'} + 0,004 \cdot f + \frac{0,1}{\left|1 - \left(\frac{13}{f\sqrt{\epsilon'}}\right)^2\right|}$$

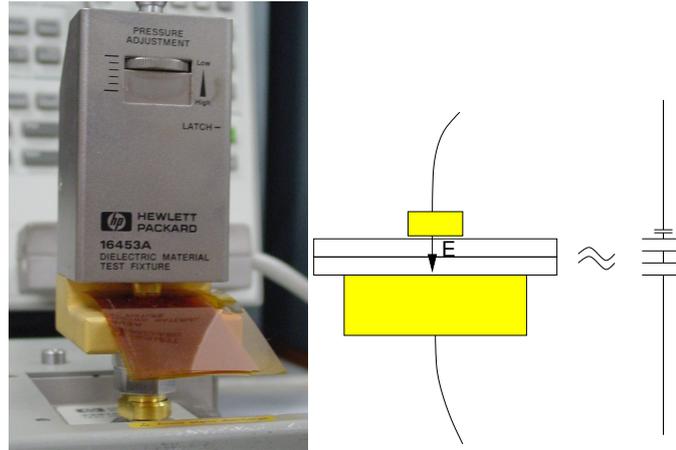
$$E_b = \left(\frac{\Delta \epsilon'}{\epsilon'} \cdot \frac{1}{100} + \epsilon' \cdot \frac{0,002}{t}\right) \cdot \tan \delta$$

où t est l'épaisseur mesurée.

D'après les données constructeurs, la mesure d'un substrat de 50 microns d'épaisseur et de constante diélectrique 3 est précise à 20% sur ϵ' , l'erreur augmente avec ϵ' et diminue avec l'épaisseur mesurée. L'erreur sur $\tan \delta$ est

alors supérieure à 0,004 et augmente lorsque $\tan \delta$ diminue ou lorsque ϵ' augmente.

Afin d'augmenter la précision et de se rapprocher des épaisseurs prises en compte par le constructeur (0,3 mm ou plus), la mesure de plusieurs membranes superposées a été faite lorsque suffisamment de matériau était disponible, comme le montre la figure 3.6.



(a) Photo de la cellule de mesure.

(b) Schéma équivalent de la cellule de mesure.

FIG. 3.6: Six membranes de polyimide superposées dans la cellule de mesure de l'impédancemètre. Les lames d'air doivent être minimisées pour ne pas fausser la mesure.

La mise en oeuvre est délicate, car si une lame d'air existe entre deux membranes, la mesure est faussée. Les ϵ' mesurés étant faibles, la présence du gap d'air engendre moins d'erreur que pour des ϵ' importants. En présence d'une lame d'air d'épaisseur e_{air} pour un matériau d'épaisseur fixée e_{mat} , la capacité mesurée vaut

$$C_{mesure} = C_{(e_{air}=0)} \cdot \frac{1}{1 + \frac{e_{air}}{e_{mat}} \epsilon'} \quad (3.15)$$

Pour le polycarbonate, ϵ' est voisin de 3, une épaisseur cumulée de lames d'air de 10 microns pour 300 microns de polycarbonate engendre alors une erreur de 10% sur la capacité mesurée. Dans les mêmes conditions, l'erreur serait de 25% pour un matériau dont $\epsilon' = 10$.

Nos résultats présentés dans le tableau 3.2 semblent indiquer des pertes légèrement plus fortes pour le polycarbonate que pour le polyimide. Toutefois,

Échantillon	Épaisseur	Fréquence	ϵ'	$\tan \delta$
Polyimide (PI50)	$6 \times 50 \mu\text{m}$	400 MHz	$2,6 \pm 0,2$	$5 \pm 5 \times 10^{-3}$
Polycarbonate (PC50)	$6 \times 50 \mu\text{m}$	400 MHz	$2,6 \pm 0,2$	$6 \pm 6 \times 10^{-3}$
Polycarbonate + nanofils (PCnw)	$1 \times 21 \mu\text{m}$	400 MHz	$3,3 \pm 2$	$10 \pm 10 \times 10^{-3}$
Polycarbonate	$296 \mu\text{m}$	400 MHz	$2,6 \pm 0,2$	$7 \pm 4 \times 10^{-3}$

TAB. 3.2: Comparaison de la permittivité des membranes mesurées à l'impédancemètre. La mesure donne une réponse large bande, mais le bruit à basse fréquence et la proximité d'une résonance à haute fréquence permettent d'obtenir des valeurs pertinentes sur une plage de fréquence réduite, centrée sur 400 MHz.

l'incertitude est telle sur ces empilements de membranes, que des mesures plus précises sont nécessaires afin de différencier les différents matériaux mesurés.

L'erreur sur la membrane de polycarbonate chargée de nanofils est importante car l'épaisseur mesurée est très faible. Cette méthode semblait a priori la plus adaptée, elle permet en effet de mesurer la composante utile de la permittivité des membranes chargées à plus haute fréquence que la méthode précédente. Cependant, la cellule de mesure associée à l'impédancemètre n'est pas adaptée à la mesure des membranes utilisées, et le bruit à basse fréquence, la proximité d'une résonance à haute fréquence, ainsi que l'influence de l'épaisseur sur les incertitudes conduisent à choisir d'autres moyens de mesures en ce qui concerne les membranes fines de polymère, chargées ou non.

3.1.5 Mesures sur lignes (1 GHz - 40 GHz)

Cette méthode, indirecte, est celle classiquement utilisée pour caractériser des membranes chargées de nanofils [31, 44, 53, 78, 99]. Dans ce paragraphe, nous montrons que les hypothèses limitent l'accès aux valeurs physiques des substrats dans le cas des membranes minces : en effet, nous montrons que des connaissances complémentaires sur le conditionnement de l'échantillon sont nécessaires à l'extraction des paramètres diélectriques du dispositif.

Les mesures sur lignes permettent théoriquement d'obtenir la permittivité du substrat sur une large bande de fréquence [54, 88]. Elles consistent à mesurer les paramètres S_{ij} de deux lignes (*LL*, *standard line line method* [54]), ou d'une seule ligne de transmission (*OL*, *one line method* [88]) réalisée sur le substrat à mesurer. Les calculs permettant de déterminer ϵ' et $\tan \delta$ à partir de ces paramètres sont données par [88].

Dans le cas de la méthode *LL*, les paramètres S_{12} et S_{11} sont enregistrés pour la ligne courte $S_{12,S}$, $S_{11,S}$ et pour la ligne longue $S_{12,L}$, $S_{11,L}$. La différence de longueur entre les lignes est notée ΔL . En notant X le terme de transmission :

$$e^{-\Gamma\Delta L} + e^{+\Gamma\Delta L} = X + \frac{1}{X} \quad (3.16)$$

on a alors

$$X + \frac{1}{X} = A = \frac{S_{12,S}^2 + S_{12,L}^2 - (S_{11,S} - S_{11,L})^2}{S_{12,S} \cdot S_{12,L}} \quad (3.17)$$

ce qui permet de déterminer

$$\Gamma = \frac{1}{\Delta L} \ln X_{sym} \quad (3.18)$$

où X_{sym} est une des racines de l'équation

$$X_{sym\pm} = \frac{A \pm \sqrt{A^2 - 4}}{2} \quad (3.19)$$

choisie telle que $|X_{sym}| < 1$.

Le détail des calculs et des hypothèses est donné dans [54]. Il est important de noter que c'est ici le coefficient de propagation qui est déterminé par les mesures. Ce coefficient est relié aux propriétés physiques des matériaux constitutifs des lignes.

Pour une ligne homogène, donc non dispersive, cette relation est immédiate car elle résulte d'un calcul analytique simple (cas d'une ligne coaxiale remplie de diélectrique). En revanche, dans le cas de lignes non homogènes, donc dispersives (cas d'une ligne microruban), il n'existe pas de solution analytique simple : il faut utiliser des approximations ou des méthodes numériques afin d'extraire les paramètres physiques à partir du coefficient de propagation. Cette difficulté conduit à l'utilisation fréquente de la notion de permittivité effective, dont l'introduction permet un calcul simple des paramètres de propagation dans une ligne. Cette permittivité effective dépend assez fortement de la fréquence dans le domaine des gigahertz, ce qui ne correspond pas à une variation de la permittivité physique intrinsèque à ces fréquences.

En outre, même dans le cas d'une ligne homogène, le calcul des coefficients de propagation et de l'impédance propre à partir de l'inductance et de la capacité linéique néglige en général l'inductance propre des conducteurs, ce qui permet d'obtenir une expression simple de la constante de propagation

$$\Gamma^2 = (\alpha + j\beta)^2 = \epsilon\mu \cdot \frac{\omega^2}{c^2} \quad (3.20)$$

Cette approximation n'est valide que si les dimensions de la ligne sont nettement supérieures à l'épaisseur de peau. Dans le cas contraire, la prise en compte de l'inductance propre conduit à un ralentissement de la vitesse de propagation et à une augmentation de l'impédance (phénomène dit d'ondes lentes). Afin d'illustrer ce phénomène, l'exemple du câble coaxial est brièvement rappelé [66]. On considère un coaxial dont les rayons sont r_1 pour l'âme et r_2 pour la paroi intérieure de la masse. Il est connu que la capacité linéique est

$$C = \frac{2\pi\epsilon}{\ln \frac{r_2}{r_1}}$$

Si l'on néglige la pénétration de l'onde électromagnétique dans le métal, l'inductance calculée vaut

$$L_{dielec} = \frac{\mu}{2\pi} \cdot \ln \frac{r_2}{r_1}$$

cependant l'âme peut être vue comme un fil conducteur, qui possède sa propre inductance linéique indépendamment du diélectrique avoisinant. Si le diamètre est faible devant l'épaisseur de peau, cette inductance linéique supplémentaire, indépendante de la nature du diélectrique, conduit à une inductance globale

$$L = \frac{\mu}{2\pi} \cdot \left(\frac{1}{4} + \ln \frac{r_2}{r_1} \right)$$

qui peut être approximée par L_{dielec} pourvu que $\ln r_2 \gg \ln r_1$. Lorsque la fréquence augmente, l'épaisseur de peau diminue, l'inductance linéique du fil est alors plus faible que si le calcul faisait intervenir toute l'âme, et le premier terme est vite négligeable devant le second.

Lorsque l'épaisseur de diélectrique n'est pas très importante devant l'épaisseur de peau, la constante de propagation vaut alors

$$\beta = \omega\sqrt{LC} = \omega\sqrt{\mu\epsilon} \cdot \sqrt{1 + \frac{1}{4 \cdot \ln \frac{r_2}{r_1}}}$$

et non simplement

$$\beta = \omega\sqrt{\mu\epsilon}$$

Par analogie, dans le cas des membranes on peut retrouver

$$\frac{\beta}{\omega\sqrt{\mu}} = \sqrt{\epsilon} \cdot \sqrt{1 + g(\delta_{peau})}$$

où $g(\delta_{peau})$ est fort à basse fréquence, et décroît avec la fréquence. Si l'on pose

$$\epsilon_{eff} = \epsilon \cdot (1 + g(\delta_{peau}))$$

la valeur ϵ_{eff} devient donc très forte à basse fréquence, même si ϵ reste faible.

Vu les épaisseurs de métal (de l'ordre de 300 nm à 2 microns) et de diélectrique (de l'ordre de 20 microns) des membranes mesurées, cet effet ne peut être négligé aux fréquences inférieures à 10 GHz (l'épaisseur de peau dans un métal est de l'ordre de 2 microns à 1 GHz).

Les méthodes *LL* et *OL*, dont nous venons de discuter les hypothèses et limites, ont été mises en oeuvre par l'équipe EMIC de l'UCL et un exemple de résultat est donné figure 3.7, où PC50 et PC21 désignent des membranes de polycarbonate de 50 et 21 microns d'épaisseur respectivement, et PI25 une membrane de polyimide de 25 microns d'épaisseur. Cet exemple confirme donc la théorie exposée précédemment, en montrant que ϵ'_{eff} augmente lorsque la fréquence diminue, même sur membranes vides.

Les pertes conducteurs d'une ligne de transmission contribuent d'autant plus aux pertes de la ligne que l'épaisseur de substrat est faible. Ainsi, les pertes mesurées sont plus faibles sur le substrat de 50 microns de polycarbonate que sur le substrat de 21 microns de polycarbonate.

Il convient donc de rappeler que les paramètres mesurés par ces méthodes *LL* et *OL* sont des valeurs effectives, et qu'une interprétation est nécessaire afin de retrouver les valeurs des paramètres diélectriques physiques, nécessaires si l'on souhaite modéliser numériquement des dispositifs par des éléments finis.

Les incertitudes de mesure et les problèmes d'interprétation des résultats bruts, mêlant les propriétés diélectriques aux pertes dans les conducteurs nous ont conduit à privilégier d'autres techniques de mesure, afin de s'affranchir d'un biais éventuel sur des membranes minces et d'une interprétation difficile à assurer.

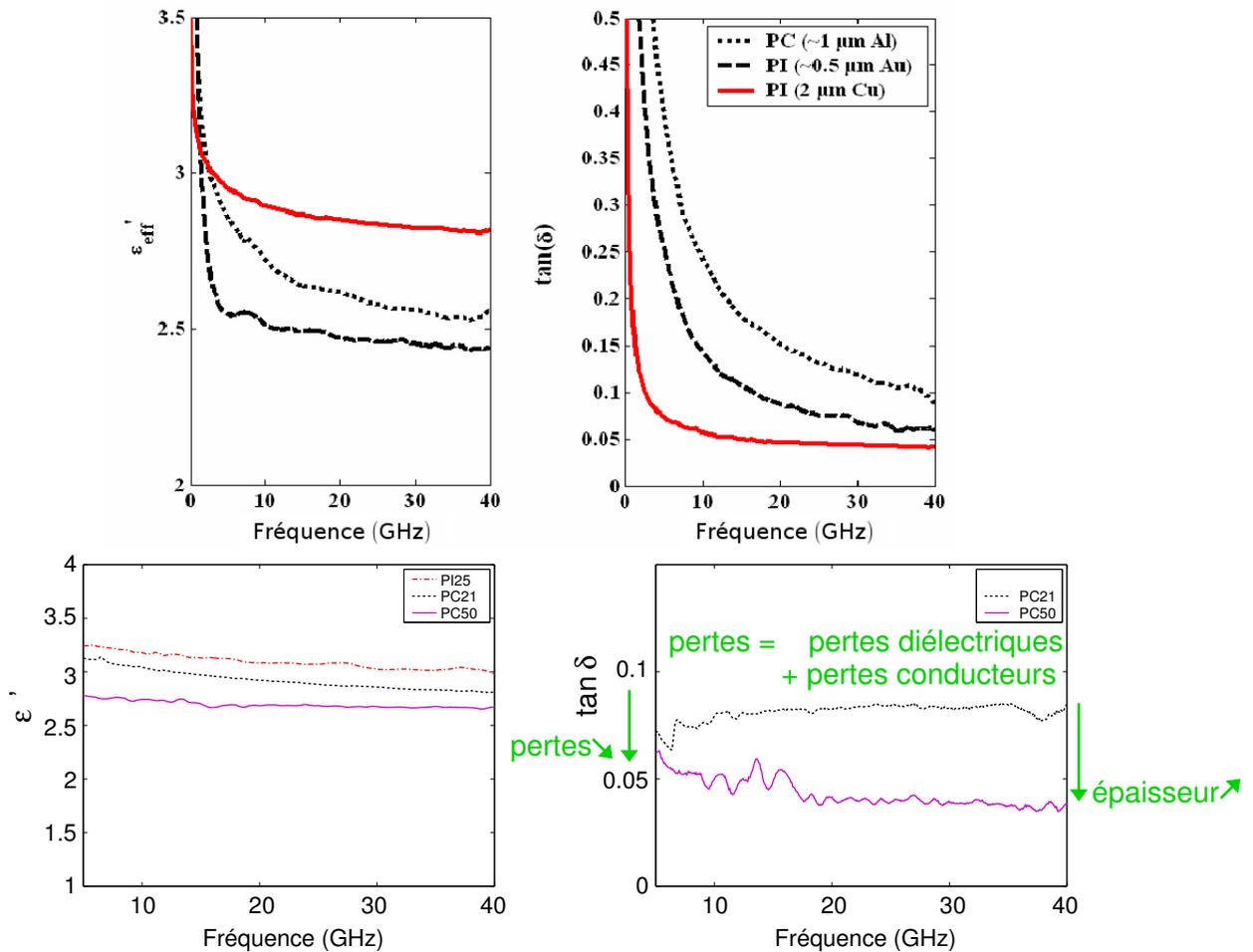


FIG. 3.7: Analyse critique des mesures de permittivité par la méthode OL présentées dans [100]. La mesure présente des divergences à fréquence nulle, les plus basses fréquences ne seront donc pas utilisées pour caractériser le matériau. La valeur de pertes diélectriques effectives mesurée dépend de l'épaisseur du substrat. Les pertes dues aux conducteurs sont moins élevées dans un substrat de plus forte épaisseur, ce qui explique des pertes moindres sur le substrat de 50 microns d'épaisseur (PC50).

3.1.6 Mesures en cavité résonante (5 GHz - 20 GHz)

Les mesures sur lignes de pertes diélectriques sur membrane chargée posent des problèmes d'interprétation pour remonter aux paramètres physiques (figure 3.7). Nous avons montré au paragraphe 3.1.1 que les pertes diélectriques du polymère chargé sont principalement dues aux pertes du polymère sans nanofils. Une mesure directe des paramètres diélectriques des membranes vides permet donc d'obtenir directement la principale contribution aux pertes diélectriques des membranes chargées de nanofils.

Pour des fréquences comprises entre 5 GHz et 20 GHz, la mesure en cavité résonante est la plus adaptée et la plus précise pour déterminer la permittivité diélectrique ϵ_{plan} de films minces sans plans conducteurs, comme l'a montré le NIST [9]. C'est pourquoi elle fut l'une des méthodes de mesure préconisées par la norme ASTM D2520-01 [7].

Dans les dispositifs de type circulateurs composés de membranes chargées de nanofils, c'est la composante ϵ_z normale au plan qui intervient. Les membranes chargées de nanofils sont anisotropes, la valeur complexe ϵ_{plan} n'est pas égale à la composante utile ϵ_z : les membranes chargées ne peuvent pas être mesurées en cavité résonante.

Afin de justifier l'utilisation au chapitre 4 des résultats obtenus par mesure en cavité résonante, nous montrons que les traitements chimiques subis par une membrane de polycarbonate afin de pouvoir être remplie par électrodeposition ne modifient pas les propriétés diélectriques du polymère.

3.1.6.1 Objectifs des mesures réalisées et échantillons

Afin d'évaluer les performances diélectriques du polymère, des membranes de polycarbonate amorphe sont comparées à des membranes de polyimide, matériau suggéré par [89], et à un film commercial faibles pertes (Roger's Rflex 3600).

Par ailleurs, afin de déterminer si les propriétés diélectriques du polycarbonate amorphe sont altérées par les différents traitements permettant l'obtention des nanofils, la mesure de membranes à différentes étapes du procédé d'obtention des nanofils a été réalisée, comme illustré figure 3.8.

Les échantillons correspondants sont les suivants :

- membrane (PC21) de polycarbonate amorphe de 21 microns d'épaisseur
- membrane (PC50) de polycarbonate amorphe de 50 microns d'épaisseur
- membrane (PCpores) de polycarbonate amorphe nanoporeuse de 21 microns d'épaisseur, de densité 8×10^8 pores \cdot cm⁻² en pores de 50 nm de diamètre

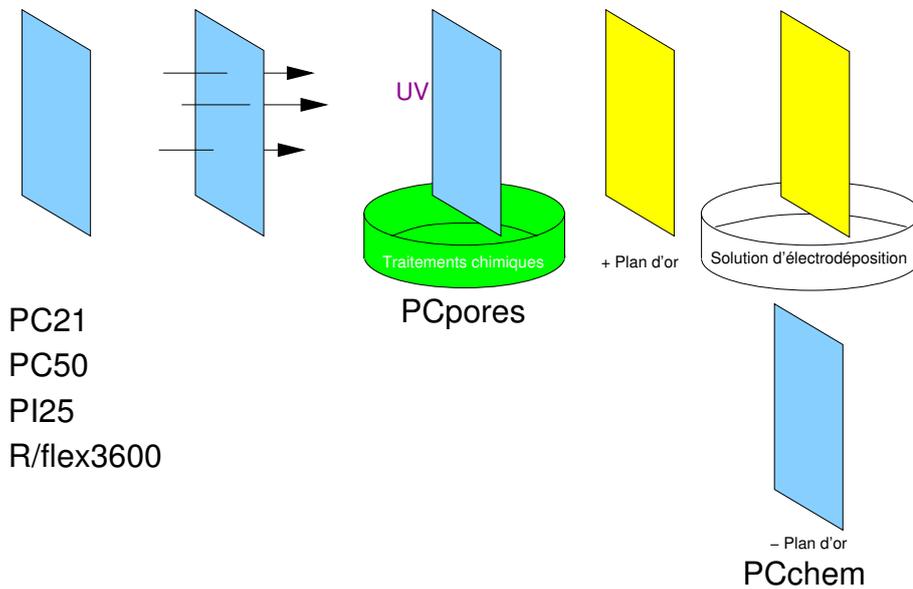


FIG. 3.8: Étapes du procédé d'élaboration des membranes nanoporeuses chargées de nanofils et prélèvements d'échantillons associés. Le dernier prélèvement nécessite une attaque chimique du plan de masse de l'échantillon avant de pouvoir réaliser la mesure en cavité.

- membrane (PCchem) de polycarbonate amorphe nanoporeuse de 16 microns d'épaisseur, de densité 4×10^9 pores \cdot cm⁻² en pores de 50 nm de diamètre, prête pour l'électrodéposition, exposée pendant 1 heure à une solution d'électrodéposition de nickel (sans courant), et dont le plan de masse en or a été ensuite retiré par attaque chimique (solution d'iodure de potassium).
- membrane (PI25) de polyimide de 25 microns d'épaisseur
- membrane (R/flex3600) de Rogers R/flex3600 de 50 microns d'épaisseur, dont le plan de masse en cuivre a été retiré par attaque chimique.
- membrane PVDF de 16 microns d'épaisseur

Les échantillons PC21, PC50 et PI25 sont issus des mêmes feuilles de polymères que celles utilisées par l'équipe EMIC pour les mesures en ligne présentées figure 3.7.

3.1.6.2 Description du dispositif de mesure

Le schéma du dispositif est présenté figure 3.9. Le mode transverse électrique TE_{011} de la cavité conductrice est utilisé, il est représenté figure 3.10, le calcul des champs électromagnétiques dans la cavité est détaillé en annexe E. Trois cavités de différentes dimensions décrites table 3.3 sont utilisées afin d'obtenir des modes TE_{011} à trois fréquences différentes.

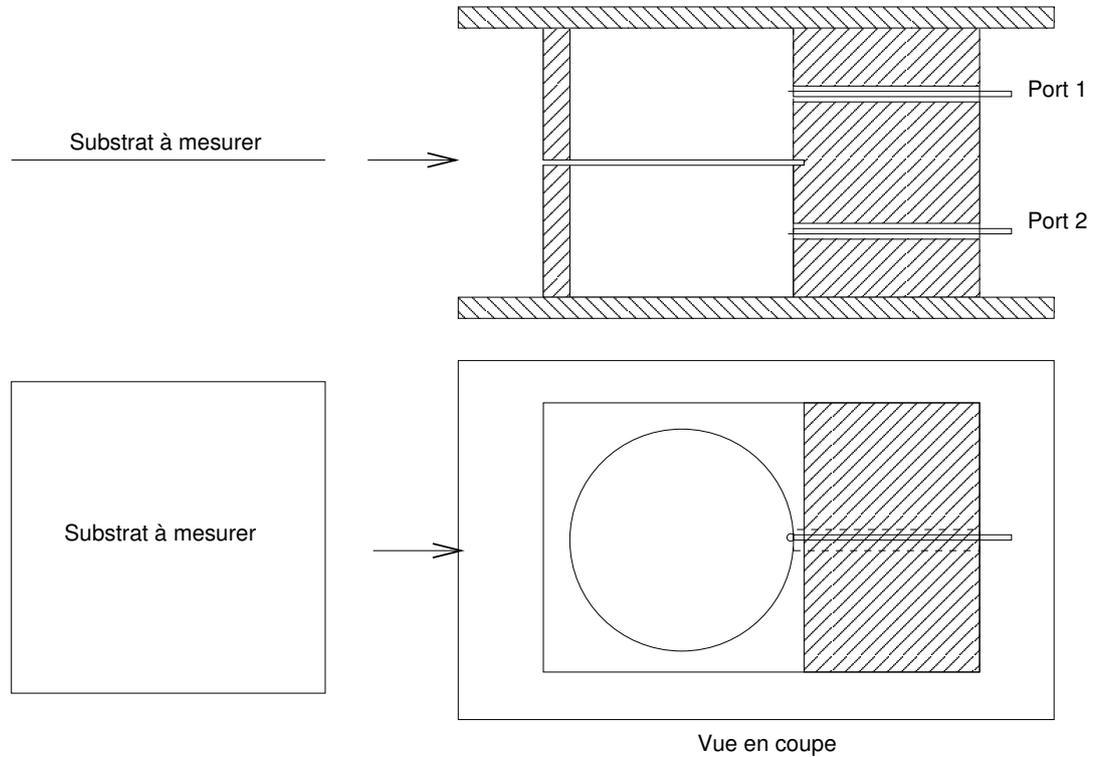


FIG. 3.9: Schéma de cavité résonante pour la mesure de permittivité diélectrique. Le substrat à mesurer est inséré dans une fente située à mi-hauteur d'une cavité cylindrique usinée dans un métal, ici du cuivre OFHC (*Oxygene Free High Conductivity*). De part et d'autre de la fente sont situées les antennes reliées par un câble coaxial au port 1 et au port 2 de l'analyseur de réseau vectoriel.

Cavité	Fréquence TE_{011} (GHz)	Rayon (mm)	Hauteur (mm)
1	6,5	30,3	65,9
2	8,5	22,5	51,2
3	15	12,6	30,1

TAB. 3.3: Cavités utilisées. Les dimensions géométriques sont données à titre indicatifs, les dimensions utiles sont recalculées avant chaque mesure d'après les fréquences de résonance des modes TE_{011} et TE_{013} .

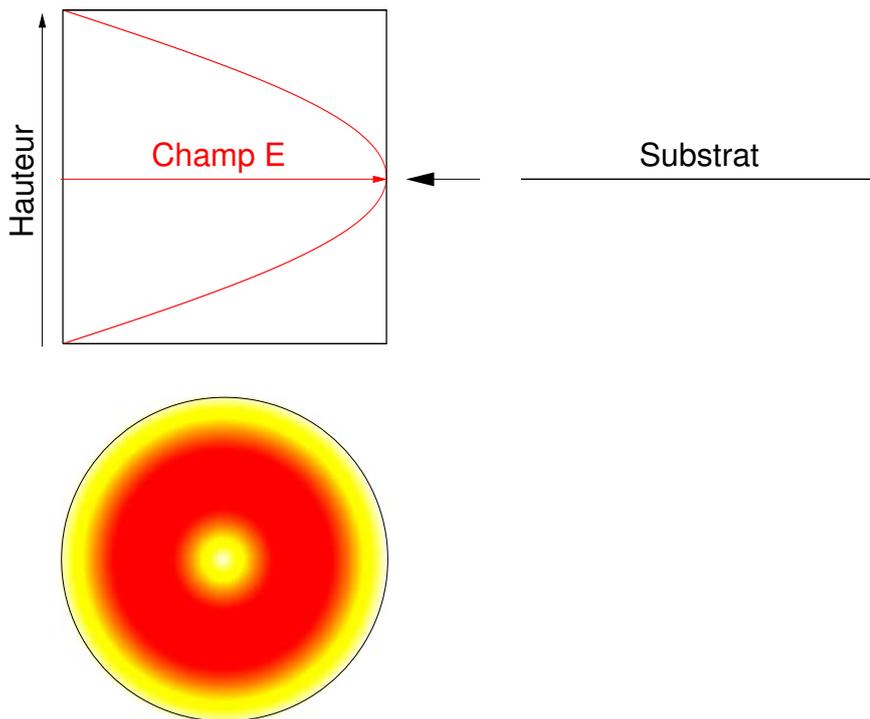


FIG. 3.10: Amplitude du champ électrique dans une cavité cylindrique en mode TE_{011} . En bas, l'amplitude du champ E dans un plan perpendiculaire à l'axe du cylindre (fonction de Bessel d'ordre 1). En haut, l'amplitude du coefficient multiplicateur de ce champ en fonction de la hauteur (demi-sinusoïde) : à mi-hauteur, le champ E est maximal. Le substrat dont on souhaite mesurer la permittivité diélectrique est inséré à mi-hauteur, là où le champ E est maximal. Le champ E est dirigé perpendiculairement à l'axe du cylindre pour tous les modes TE .

3.1.6.3 Principe de la mesure

En supposant les membranes isotropes : lorsqu'une membrane de constante diélectrique $\epsilon' > 1$ est introduite dans la cavité de mesure, la fréquence de résonance diminue. Deux membranes de même épaisseur et de même constante diélectrique donneront le même décalage de la même fréquence de résonance, mais la largeur du pic de résonance sera plus grande pour la membrane ayant le plus de pertes diélectriques.

La constante diélectrique ϵ' est calculée d'après le décalage en fréquence $f - f'$ sur le mode TE_{011} entre cavité sans et cavité avec membrane. La formule simple de la théorie des faibles perturbations [61] donne alors

$$\epsilon' = 1 + \frac{f - f'}{f} \cdot \frac{L}{e} \quad (3.21)$$

où e est l'épaisseur de la membrane et L la hauteur de la cavité. Les pertes diélectriques $\tan \delta$ sont calculées d'après la variation du facteur de qualité à vide Q_0 du mode TE_{011} entre cavité sans et cavité avec membrane. Par la méthode de perturbation on obtient alors

$$\tan \delta = \frac{1}{\epsilon'} \cdot \frac{1}{2} \cdot (Q_{0+membrane}^{-1} - Q_0^{-1}) \cdot \frac{L}{e} \quad (3.22)$$

Les calculs exacts s'appuient sur les conditions de raccordement des modes détaillées en annexe E. Le champ électrique du mode TE_{011} est orienté dans le plan des membranes, c'est donc cette composante de permittivité diélectrique qui est mesurée. La composante de permittivité diélectrique perpendiculaire au plan de la membrane n'intervient pas.

Les dimensions de la cavité et l'épaisseur du substrat intervenant dans le calcul, il convient de déterminer le plus précisément possible ces quantités. Les dimensions précises de la cavité sont obtenues d'après les fréquences de résonance des modes TE_{011} et TE_{013} , la présence de la fente pouvant modifier légèrement ces fréquences. Ces modes de résonance présentant tous deux un champ maximum et quasi-constant au niveau de la fente, les fréquences obtenues déterminent des dimensions aboutissant à de meilleurs résultats que des dimensions résultant d'une mesure géométrique de haute précision qui ne prendrait pas en compte la perturbation causée par la fente. Dans la mesure interviennent donc uniquement des fréquences et des largeurs de pics, les dimensions pouvant se ramener à des calculs sur les fréquences.

Les formules 3.21 et 3.22 permettent d'évaluer la sensibilité de la mesure à une erreur sur l'épaisseur de membrane. Ainsi, pour des ϵ' voisins de 3 une erreur de 10% sur l'épaisseur engendre une erreur

$$\frac{\delta \epsilon'}{\epsilon'} = \frac{1}{\epsilon'} \cdot \left(1 + \frac{e(\epsilon' - 1)}{e - \delta e} \right) - 1$$

de 7% sur ϵ' et une erreur

$$\frac{\delta(\tan \delta)}{\tan \delta} = \frac{\delta e}{e\epsilon' - \delta e}$$

proche de 4% sur $\tan \delta$.

Le principal facteur d'erreur est donc l'épaisseur. L'incertitude sur l'épaisseur engendre une telle imprécision sur ϵ' et $\tan \delta$ que l'erreur systématique due aux champs évanescents présents dans la zone substrat hors de la cavité [55] peut être négligée (ces champs sont au moins cent fois plus faibles que les champs dans la cavité et la surface à prendre en compte est inférieure à la surface d'échantillon dans la cavité).

3.1.6.4 Épaisseur des échantillons et mesures en cavité

Les mesures en cavité réalisées font intervenir une surface d'au moins 2,5 cm de diamètre, sur laquelle l'épaisseur n'est pas constante. Tous les points de la surface n'ont pas le même poids sur la mesure globale, mais la contribution de tous les points de la surface conduit à une erreur d'épaisseur globale plus faible que le maximum d'erreur d'épaisseur locale. Si la surface mesurée est très grande devant la rugosité de la feuille, la dispersion entre les mesures d'échantillons issus de la même feuille sera faible. Notons qu'à haute fréquence, la surface de matériau mesurée est plus faible, l'erreur résultante sur la mesure sera donc plus forte qu'à basse fréquence pour une même dispersion spatiale sur l'épaisseur.

3.1.6.5 Permittivités complexes des différents polymères et influence du procédé *track etch*.

Les mesures sont effectuées à température ambiante, et les résultats sont présentés figure 3.11. Le PVDF présente les pertes les plus élevées, c'est le seul matériau piézoélectrique que nous avons mesuré. La relaxation dipolaire au sein de ce matériau est à l'origine des fortes pertes diélectriques mesurées.

Concernant le polyimide, les valeurs concordent avec celles obtenues au NIST sur des membranes minces [55]. Le film commercial Roger's R/flex 3600 présente des caractéristiques proches des valeurs données par le fabricant [87]. La comparaison des mesures sur polycarbonate avec des membranes vierges de polyimide et de Rogers R/flex3600 indique des pertes deux fois plus importantes sur polyimide que sur polycarbonate, et des pertes deux fois plus faibles sur R/flex3600 que sur polycarbonate. Les mesures mettent en évidence la conservation des propriétés diélectriques au cours de toutes les étapes de fabrication précédant le remplissage des nanopores. De même, les

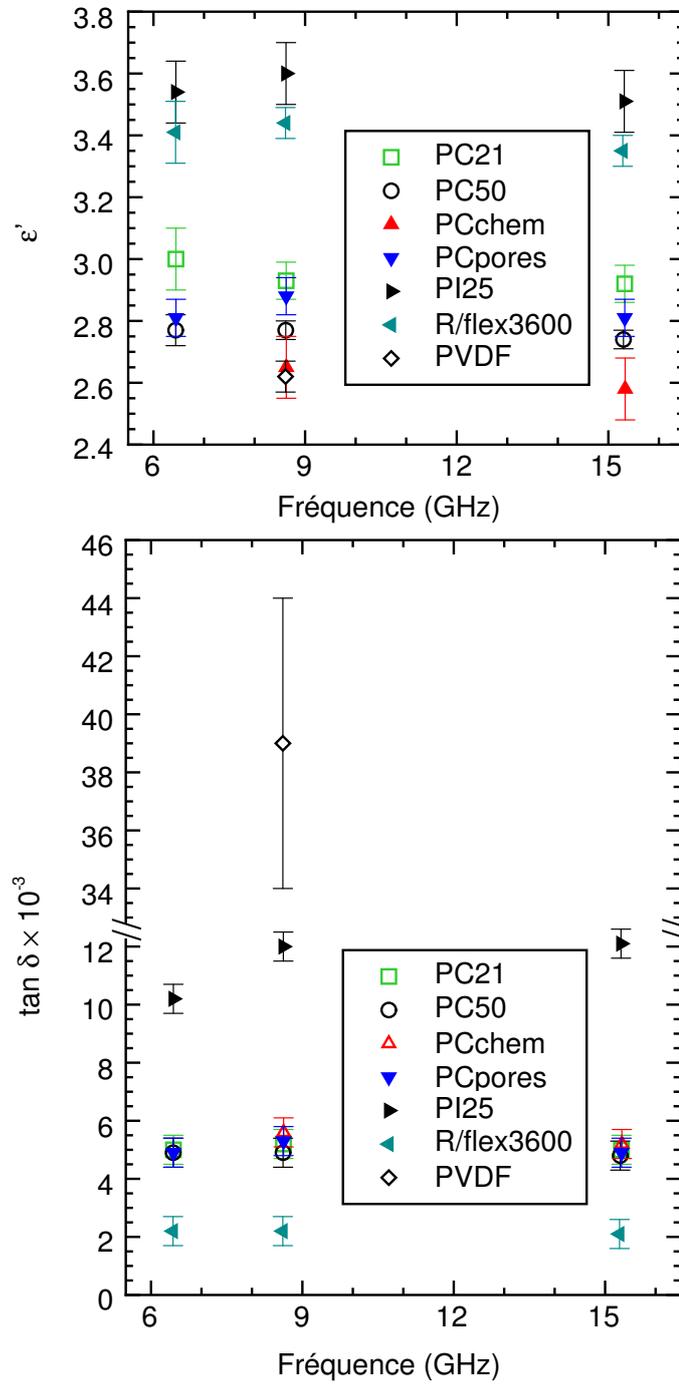


FIG. 3.11: Mesures en cavité de la permittivité diélectrique de membranes sans nanofils.

propriétés diélectriques du polycarbonate ne dépendent pas de l'épaisseur, contrairement aux grandeurs effectives mesurées par la méthode de mesure sur lignes.

De manière générale, les mesures en cavité sont cohérentes entre elles et ne présentent pas de dépendance en fréquence significative, ce qui est conforme à l'origine physique de la permittivité (1.1.3.1) [57]. Les pertes des membranes de polycarbonate sont plus élevées que les pertes diélectriques mesurées au NIST sur matériau massif ($\tan \delta = 5 \times 10^{-4}$ à 11 GHz, à température ambiante)[86], mais le polycarbonate utilisé à UCL a reçu des traitements spéciaux avant irradiation, il est de plus amorphe et non pas polycristallin, et enfin les procédés de fabrication des membranes et du matériau massif sont différents. Par ailleurs, le polycarbonate est plus sensible à l'humidité que le polyimide ou le film Roger's. La dégradation des caractéristiques du polycarbonate est plus importante lorsque la surface exposée est grande rapportée au volume de matériau, ce qui défavorise les membranes.

Ces mesures nous ont permis de démontrer et de publier [6] que les traitements chimiques ne dégradent pas les propriétés diélectriques du polycarbonate, et que celui-ci présente des pertes diélectriques de $5 \times 10^{-3} \pm 5 \times 10^{-4}$, moindres que celles du polyimide (d'un facteur 2) ou le PVDF (d'un facteur 10 environ).

3.1.7 Synthèse des mesures de paramètres diélectriques

Les différentes méthodes employées permettent de balayer un large spectre de fréquence, avec une précision variable selon les mesures (tableau 3.4).

	LCR	Impédancemètre	En ligne	Cavité
Fréquence	1 kHz - 1MHz	1 MHz - 1 GHz	1-40 GHz	5-20 GHz
Largeur de bande	10MHz	400 MHz	35 GHz	1 fréquence
Surface échantillon	$1 \times 1\text{cm}^2$	$1 \times 1\text{cm}^2$	$0,5 \times 2\text{cm}^2$	$7 \times 7\text{cm}^2$
Étapes technologiques	1	0	2	0
Incertitude : ϵ'	épaisseur e	faible épaisseur	modèle ϵ_{eff}	épaisseur e
Imprécision : ϵ'	< 10%	20%	$\propto \frac{1}{e}$	$\Delta e/e$
Incertitude : $\tan \delta$	-	faible épaisseur	faibles épaisseurs	épaisseur e
Imprécision : $\tan \delta$	-	100%	$\propto \frac{1}{e}$	$\Delta e/e$

TAB. 3.4: Caractéristiques comparées des dispositifs de mesure de permittivité diélectrique quant aux mesures de membranes minces.

Les membranes chargées sont préférentiellement mesurée par pont LCR, ce qui donne accès à ϵ' . La valeur mesurée à basse fréquence peut être utilisée à haute fréquence, car la présence des fils n'induit une résonance qu'au-dessus du térahertz. Cette valeur peut donc servir de valeur initiale dans les simulations présentées dans la suite de cette thèse. Sur les membranes chargées, ϵ' est de l'ordre de 5, soit trois fois plus faible que pour des ferrites.

Cela signifie qu'un dispositif à membranes de nanofils en bande X occupe une surface trois fois supérieure à la surface occupée par un dispositif similaire à base de ferrite. Les dispositifs à nanofils sont donc pertinents à des fréquences plus hautes que la bande X, ou pour l'intégration dans des dispositifs pour lesquels le coût est critique, et où la surface occupée n'est pas le facteur clé (s'agissant d'un radar de recul sur une automobile, le coût sera un facteur plus important que la surface de quelques millimètres carrés).

L'accès à $\tan \delta$ sur membranes chargées est plus délicat, et consiste à utiliser un modèle RC à partir des valeurs mesurées sur membrane vide, de la porosité, de la résistivité et de la hauteur de remplissage des fils. Une mesure directe par cavité ré-entrante pourrait être envisagée, mais la taille des échantillons de membranes chargées restreint le choix des cavités utilisables. De plus, afin d'obtenir une forte contribution de la membrane chargée aux quantités mesurées, il faut un fort ratio épaisseur de membrane/hauteur de la constriction, ce qui nécessiterait de faire fabriquer une cavité sur mesure dédiée aux membranes chargées. La mise en oeuvre nécessitant l'ouverture de la cavité pour insérer l'échantillon, la précision obtenue est significativement plus faible que sur les cavités présentées dans cette section. La méthode de mesure par cavité réentrante n'a pas été retenue.

Les valeurs de permittivité sont conservées à toutes les fréquences de mesure, et les divers traitements chimiques n'altèrent pas les propriétés diélectriques des membranes de polycarbonate, ce qui permet d'utiliser les valeurs mesurées sur membranes vierges pour paramétrer le polymère chargé. Les principaux résultats issus des différentes mesures sont synthétisés dans le tableau 3.5.

Ces mesures montrent que le remplacement du polycarbonate par le polyimide n'est pas pertinent : les pertes diélectriques du polyimide sont en effet plus élevées et tendent à augmenter les pertes globales. Cette conclusion s'oppose à celle présentée dans [89] : cela s'explique par le fait que la valeur de pertes "diélectriques" $\tan \delta = 5 \times 10^{-2}$ a été obtenue par une mesure sur ligne et donc fait intervenir les pertes conducteurs. Il ne s'agit pas d'un paramètre intrinsèque du matériau. Cette valeur de $\tan \delta$ mesurée sur un substrat de 21 microns est comparable aux résultats présentés figure 3.7 qui font apparaître une forte dépendance des pertes effectives à l'épaisseur mesurée, ce qui traduit une très forte contribution des pertes conducteurs.

	LCR	Impédancemètre	En ligne	Cavité
Fréquences	1 kHz - 1 MHz	400 MHz	0 - 40 GHz	5 GHz - 20 GHz
PC21, ϵ'	-	-	$3,06 \pm 0,5$	$2,93 \pm 0,06$
PC50, ϵ'	-	$2,6 \pm 0,2$	$2,74 \pm 0,5$	$2,77 \pm 0,05$
PI, ϵ'	-	$2,6 \pm 0,2$	$3,2 \pm 0,5$	$3,5 \pm 0,1$
PCnw, ϵ'	$5,2 \pm 0,3$	$3,3 \pm 2$	$4,5 \pm 0,5$	-
Rflex3600, ϵ'	-	-	-	$3,4 \pm 0,05$
PC21, $\tan \delta$	-	-	$7 \pm 7 \times 10^{-3}$	$5,2 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PC50, $\tan \delta$	-	$6 \pm 6 \times 10^{-3}$	$5 \pm 5 \times 10^{-3}$	$4,9 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PI, $\tan \delta$	-	$5 \pm 5 \times 10^{-3}$	$8 \pm 8 \times 10^{-3}$	$12,0 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PCnw, $\tan \delta$	-	$10 \pm 10 \times 10^{-3}$	-	-
Rflex3600, $\tan \delta$	-	-	-	$2,2 \pm 0,5 \times 10^{-3}$

TAB. 3.5: Synthèse des principaux résultats obtenus sur les permittivités diélectriques.

La valeur présentée dans [89] doit donc être comprise en terme de pertes effectives comme mentionné dans [31], et non de pertes diélectriques intrinsèques tel que présenté dans [89, 90]. À l'inverse, les mesures que nous avons présentées permettent de mesurer directement les pertes diélectriques du matériau. Les pertes mesurées sur les dispositifs ne peuvent donc être expliquées par les seules pertes diélectriques : dans la suite de ce chapitre, nous nous intéressons donc également aux autres facteurs de pertes.

L'emploi du film Roger's à la place du polycarbonate permettrait une diminution des pertes diélectriques, mais ce polymère de cristal liquide présente une structure microscopique peu compatible avec le processus d'irradiation et de révélation des traces utilisé sur les membranes polycarbonate, comme l'illustre la figure 3.12 [37]. Les essais d'irradiations effectués et les problèmes de révélation des traces ne permettent pas jusqu'à présent d'appliquer le procédé *track etch* à ce polymère.

3.1.8 Conclusion sur les propriétés diélectriques

Le tenseur de permittivité complexe ne peut pas être déterminé directement sur toute la gamme de fréquence utile aux dispositifs. Les paramètres diélectriques pertinents pour les dispositifs microrubans ou triplaques ont pu cependant être déterminés, à partir de différentes méthodes de mesure :

- ϵ'_z des membranes chargées est mesuré directement par pont LCR en basse fréquence. À partir de considérations de physique du solide, cette valeur est extrapolée aux fréquences de fonctionnement des dispositifs,

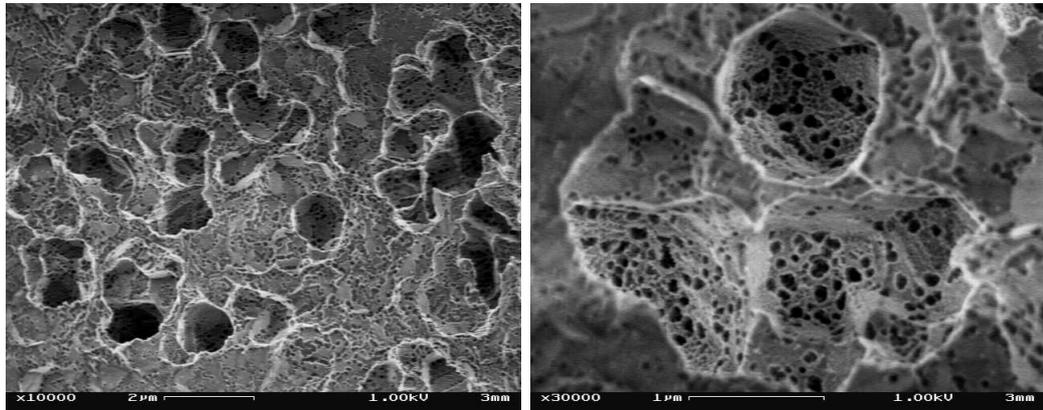


FIG. 3.12: Microscopie d'un film Roger's R/flex3600 dont le plan de masse en cuivre a été ôté. La structure étant fortement nanoporeuse avant irradiation, la matrice de remplissage obtenue après irradiation ne permet pas d'obtenir des nanofils acceptables. Ces images ont été réalisées et prêtées par l'équipe POLY de l'UCL [37].

ce qui permet de paramétrer les simulations numériques et de concevoir de nouveaux dispositifs fonctionnant à la fréquence choisie. Nous confirmons la validité de cette démarche au chapitre 4.

- $\tan \delta$ sur membranes vides est mesuré avec précision en cavité aux fréquences de fonctionnement des dispositifs.
- $\tan \delta$ des membranes chargées est déterminé à partir de la valeur sur membrane vide et d'un modèle estimant la contribution des nanofils.

Les outils de caractérisation étant précisés, nous avons montré par des mesures sur divers échantillons de polymères que parmi les matériaux adaptés au processus de fabrication des nanofils, le polycarbonate utilisé a les meilleures performances comparativement à tous les autres polymères envisagés.

Le Q_{0_i} le plus faible indique la plus forte contribution aux pertes par dissipation, et permet d'identifier le facteur limitant (paragraphe 1.4.2). La valeur de pertes diélectriques mesurée sur membranes vides de polycarbonate 5×10^{-3} et le modèle RC modifié présenté plus haut donnent un facteur de qualité $Q_{0_{dielec}}$ voisin de 200, cette valeur ne dépend pas de l'épaisseur.

Les méthodes de mesure et les valeurs des paramètres diélectriques utiles à la réalisation de circulateurs à membranes de nanofils ont été présentées. Nous poursuivons ce chapitre par l'étude des propriétés magnétiques des membranes chargées de nanofils.

3.2 Propriétés magnétiques

La connaissance des propriétés magnétiques est essentielle pour la conception d'un dispositif non-réciproque :

- un champ coercitif fort est souhaité, afin d'éviter que le dispositif autopolarisé ne soit trop sensible aux champs parasites environnants.
- le moment à la rémanence doit être quasiment égal au moment à saturation pour des dispositifs fonctionnant sans polarisation magnétique externe.
- le moment à saturation et la forme du composé magnétique déterminent alors la fréquence de résonance ferromagnétique. L'écart entre cette fréquence et la fréquence de travail est un compromis entre effet non-réciproque et pertes magnétiques.
- les pertes magnétiques doivent être connues afin d'éviter de travailler dans une zone de fortes pertes, et de déterminer la limitation des performances due à ces pertes magnétiques.

Dans le cas des membranes chargées de nanofils magnétiques, nous présentons tout d'abord nos modélisations et mesures des propriétés statiques. Nous déterminons alors les différentes valeurs de champ coercitif, valeurs de moment à saturation et de moment à la rémanence. Nous exposons ensuite les propriétés dynamiques. Les mesures permettent de quantifier les pertes magnétiques en hyperfréquence de ces matériaux, sur une membrane chargée de nanofils et sur un nanofil unique. Nous formulons des hypothèses quant à l'origine des pertes magnétiques des membranes chargées et les vérifions grâce à un calcul analytique d'une part, et grâce à une simulation numérique d'autre part. Connaissant ainsi l'origine de ces pertes, nous proposons alors une solution permettant de les réduire.

3.2.1 Métaux et alliages étudiés

Les matériaux étudiés sont choisis parmi les métaux ferromagnétiques (éléments 3d : fer, cobalt, nickel, ou éléments 4f : gadolinium, terbium, dysprosium, holmium et erbium). Le choix du cobalt, du nickel, et de l'alliage de nickel fer $Ni_{80}Fe_{20}$ correspond aux matériaux les mieux maîtrisés quant au remplissage des membranes nanoporeuses par électrodéposition. L'anisotropie du nickel et de l'alliage de nickel fer $Ni_{80}Fe_{20}$ est faible par rapport au champ démagnétisant d'un nanofil. Le cobalt hcp est fortement anisotrope (champ d'anisotropie H_U de 620 kA/m, soit 7,8 kOe pour un moment magnétique intrinsèque $M_S = 1,37$ kA/m soit $4\pi M_S = 17,2$ kG), son anisotropie est comparable au champ démagnétisant d'un nanofil, il convient donc de la choisir avec soin. L'anisotropie du cobalt peut être contrôlée lors

de l'électrodéposition [20, 22, 23]. L'orientation la plus favorable a été choisie, c'est-à-dire l'axe de facile aimantation dans l'axe du nanofil, ce qui maximise la fréquence de résonance d'après la formule 2.4 :

$$\frac{\omega_{FMR}}{\mu_0\gamma} = \frac{M_S}{2} (1 - 3P) + H_U$$

et tend à conserver l'aimantation dans le direction de l'axe du fil, ce qui augmente le champ coercitif.

3.2.2 Propriétés magnétiques statiques

Les cycles d'hystérésis d'un nanofil unique ont été simulés pour les principaux matériaux magnétiques envisagés, à l'aide du logiciel de micromagnétisme *Oommf*. La simulation d'un nanofil composite a pu être comparée à celles de nanofils mono-matériau. Les mesures de cycle sur échantillons de membranes réelles remplies de nanofils de nickel, de cobalt et d'un alliage $Ni_{80}Fe_{20}$ composé à 80% de nickel et à 20% de fer, ont complété cette étude. Le champ coercitif, le moment à saturation et le moment à la rémanence des différents nanofils considérés ont ainsi pu être comparés.

3.2.2.1 Modélisations micromagnétiques comparées de cycles d'hystérésis de nanofils magnétiques

Nous avons simulé le cycle d'hystérésis d'un nanofil unique, pour différents matériaux. Les simulations d'un nanofil de cobalt anisotrope, d'un nanofil de nickel et d'un nanofil d'alliage nickel-fer $Ni_{80}Fe_{20}$ ont permis de comparer les champs coercitifs selon le choix du métal : le nanofil de cobalt anisotrope présente le plus fort champ coercitif de tous les matériaux que nous avons simulés. Le moment à saturation est propre au métal et ne dépend pas de la forme du nanofil, il détermine la fréquence de résonance ferromagnétique comme exposé dans le tableau 1.1.

Afin de pouvoir choisir indépendamment un fort champ coercitif et un moment à saturation différent de celui du cobalt, nous avons envisagé un nanofil composé de plusieurs métaux : deux blocs de cobalt aux extrémités du nanofil permettent d'obtenir un fort champ coercitif, le bloc central en nickel permet d'obtenir une fréquence de résonance ferromagnétique plus basse que celle d'un nanofil de cobalt.

Le calcul théorique du champ coercitif peut être approximé par certains modèles évoqués plus haut [101], une forte anisotropie magnétocristalline et un fort moment magnétique devraient ainsi augmenter le champ coercitif d'après la formule 1.35. Toutefois, des calculs plus précis doivent tenir compte

des énergies de nucléation et de déplacement des parois magnétiques [39, 107], ce qui nous a conduit à utiliser un logiciel de micromagnétisme à éléments finis.

Les logiciels de micromagnétisme modélisent les matériaux par de multiples domaines magnétiques de taille nanométrique, dont les interactions dépendent directement des interactions entre spins. Ils permettent ainsi de prendre en compte les énergies de nucléation, de déplacement de paroi, et la géométrie (ellipsoïdale ou non) des matériaux. La précision décroît avec la taille des cellules du maillage numérique, mais le temps de calcul augmente fortement avec le nombre de cellules. Idéalement, la modélisation de chaque spin est souhaitée, mais la puissance de calcul disponible nous conduit à adopter un maillage plus large. La simulation d'un cycle d'hystérésis sur nanofil magnétique de 21 microns de hauteur pour 50 nm de diamètre peut durer plusieurs semaines sur un Pentium4 de fréquence d'horloge 3,2 GHz et équipé de 4 Go de RAM, aussi les simulations micromagnétiques n'ont pas été appliquées à de grandes collections de fils dans le cadre de cette thèse.

Afin de comparer le moment magnétique à saturation et le champ coercitif de nanofils composites ou non, le logiciel de micromagnétisme *Oommf* a été utilisé. Le calcul s'appuie sur l'équation 1.36 dite "LLG" [43, 60] et permet de simuler le comportement micromagnétique à 0K ¹. D'autres logiciels de micromagnétisme sont évoqués annexe F.

Un exemple de fichier de paramétrage est donné en annexe G, il définit le nanofil composite.

Les résultats présentés sur le premier graphe de la figure 3.13 permettent de situer les caractéristiques attendues de nanofils en nickel, en cobalt ou en alliage de nickel fer $Ni_{80}Fe_{20}$.

Le nanofil de $Ni_{80}Fe_{20}$ présente le plus faible champ coercitif, et le cobalt anisotrope d'axe c colinéaire au fil a le plus fort champ coercitif. Les moments à saturation correspondent à ceux entrés pour chaque métal dans le fichier de paramétrage, et n'apportent donc pas d'information nouvelle.

Afin de tirer parti du fort champ coercitif du cobalt et donc de sa robustesse face aux champs parasites externes, et de pouvoir choisir librement la fréquence de résonance ferromagnétique, nous envisageons une architecture de nanofil composite Co-Ni-Co : un bloc de cobalt de 1 micron de haut est présent à chaque extrémité d'un fil de nickel de 19 microns de haut. Les blocs de cobalt jouent le rôle d'aimants permanents sur le nickel, ce qui augmente la fréquence de résonance ferromagnétique du nickel, et favorise l'aimantation

¹la température peut être introduite via l'extension *thetaevolve*, développée en 2004 par Oliver Lemcke à l'Université de Hamburg. Cette extension n'a pas été utilisée dans le cadre de cette thèse.

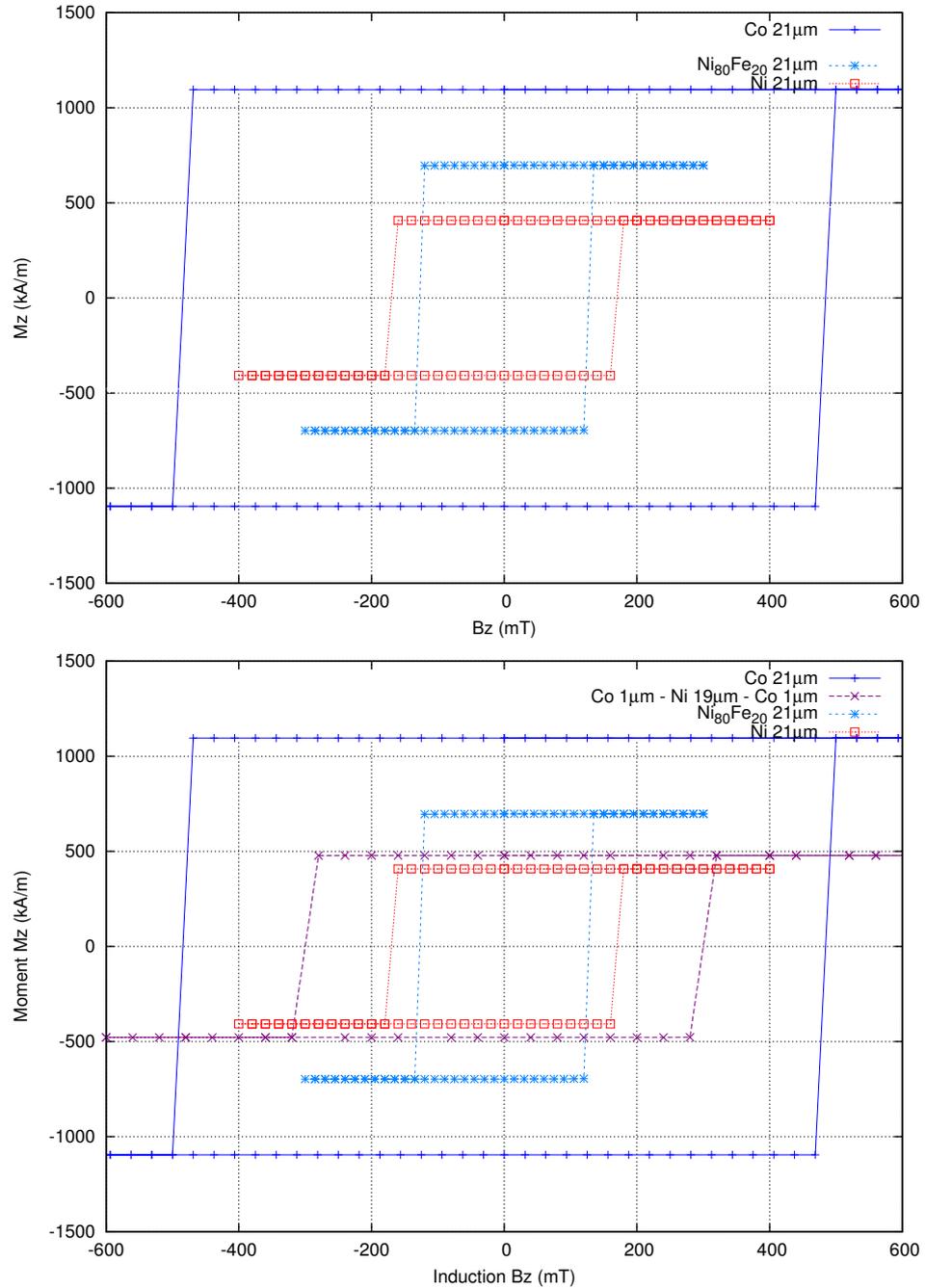


FIG. 3.13: Simulations comparées de cycles d'hystérésis sur différents nanofils de 50 nm de diamètre et de 21 microns de haut à l'aide du logiciel *Oommf*. Les segments reliant les points ne sont qu'un guide pour les yeux. Ainsi, le renversement d'aimantation commence et finit entre les champs marquant le commencement et la fin des segments inclinés.

dans l'axe du nanofil tant que l'aimantation du cobalt est correctement orientée, ce qui accroît le champ coercitif de l'ensemble par rapport au nickel seul. Le champ coercitif à 0 K d'un tel nanofil est ainsi de 8 kA/m (soit 100 Oe) supérieur à celui d'un nanofil de nickel pur, avec un M_S global très légèrement supérieur à celui du nickel pur (deuxième graphe de la figure 3.13). Ce léger accroissement est dû au faible volume de cobalt qui remplace le nickel aux extrémités du nanofil. La fréquence de résonance ferromagnétique de ce fil composite, supérieure à celle d'un nanofil de nickel pur, peut être ajustée en modifiant la taille relative des blocs de cobalt aux extrémités. La plage de choix de la fréquence de travail d'un dispositif non-réciproque à nanofils est ainsi élargie.

Ces simulations (figure 3.13) montrent la pertinence du cobalt d'axe c parfaitement aligné avec l'axe des nanofils (fort champ coercitif, fort moment à saturation), et l'intérêt d'utiliser des nanofils composites. Néanmoins, elles ne prennent en compte ni la température, ni les éventuels défauts cristallins des nanofils de cobalt réels, et considèrent des nanofils isolés sans interaction avec d'autres fils.

3.2.2.2 Mesures comparées de cycle d'hystérésis de collections de nanofils magnétiques

Nous avons mesuré les cycles d'hystérésis d'échantillons macroscopiques de nanofils de nickel, de cobalt et de Permalloy $Ni_{80}Fe_{20}$ à l'aide d'un appareil AGFM (*Alternative Gradient Force Magnetometer*) dont le schéma de principe est donné figure 3.14. L'échantillon est placé à l'extrémité d'un résonateur formé d'une tige montée sur un matériau piézoélectrique ("quartz"). L'ensemble est soumis à un gradient de champ alternatif, la force alternative résultante est alors proportionnelle à l'aimantation de l'échantillon, cette force étant mesurée via la tension aux bornes du quartz.

Les résultats présentés figures 3.15, 3.16 et 3.17 mettent en évidence un retournement macroscopique rapide pour les nanofils de $Ni_{80}Fe_{20}$ et plus progressif pour les nanofils de cobalt. Le retournement progressif de l'aimantation dans les membranes de nanofils de cobalt traduit la présence de nanofils de différentes morphologies dans la membrane, certains étant composé d'un seul domaine magnétique et d'autres étant multidomains [47], ce qui est le cas si l'anisotropie magnétocristalline n'est pas parfaitement contrôlée. Le champ coercitif est cependant plus fort pour le cobalt, conformément aux simulations micromagnétiques présentées figure 3.13. L'accord est qualitatif mais pas quantitatif, en effet le champ coercitif est toujours plus élevé dans les simulations que dans les mesures (tableau 3.6). Nous montrons au paragraphe 3.2.3 que cet écart est dû à des effets de couplages entre nanofils.

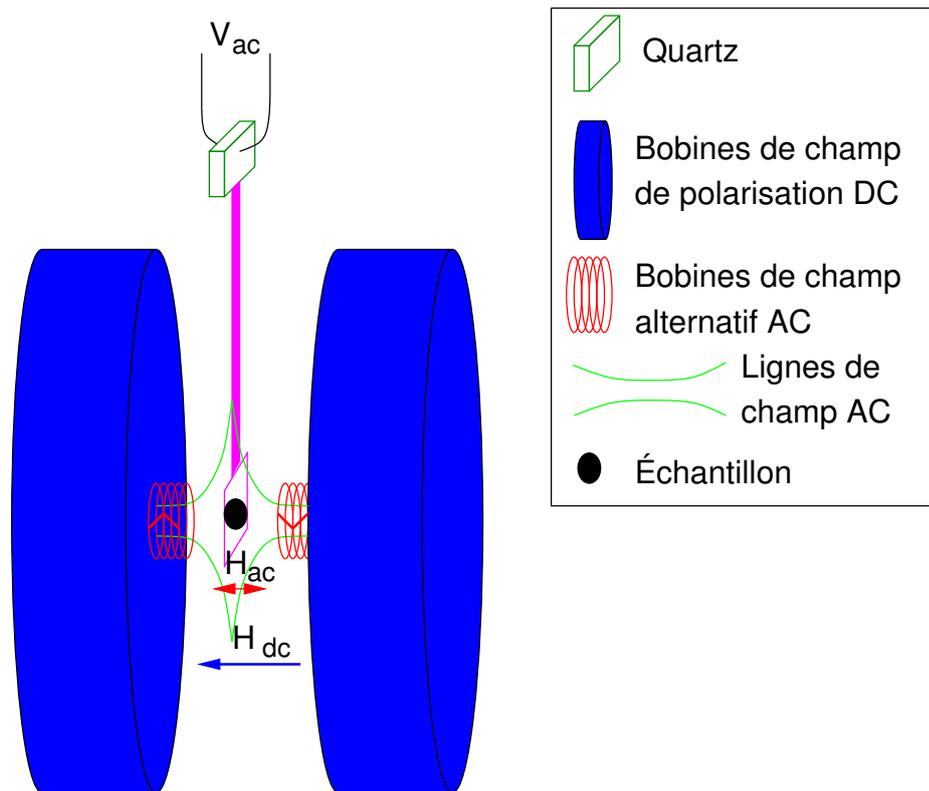


FIG. 3.14: Schéma de principe du fonctionnement d'un AGFM. Deux bobines placées de part et d'autre de l'échantillon sont alimentées en courant alternatif et permettent d'obtenir ainsi un gradient de champ H alternatif. La force exercée sur l'échantillon est proportionnelle à la fois au gradient de champ magnétique, et au moment magnétique de l'échantillon dans la direction du gradient. L'amplitude du mouvement de l'oscillateur est maximale quand le gradient de champ magnétique, et donc le gradient de force, est appliqué à la fréquence de résonance de l'oscillateur mécanique portant l'échantillon, ce qui correspond à quelques centaines de hertz. La tension aux bornes du quartz est proportionnelle à l'amplitude du déplacement de l'oscillateur, elle-même proportionnelle à la force exercée, et donc proportionnelle également au moment magnétique. Cette tension alternative est mesurée par détection synchrone.

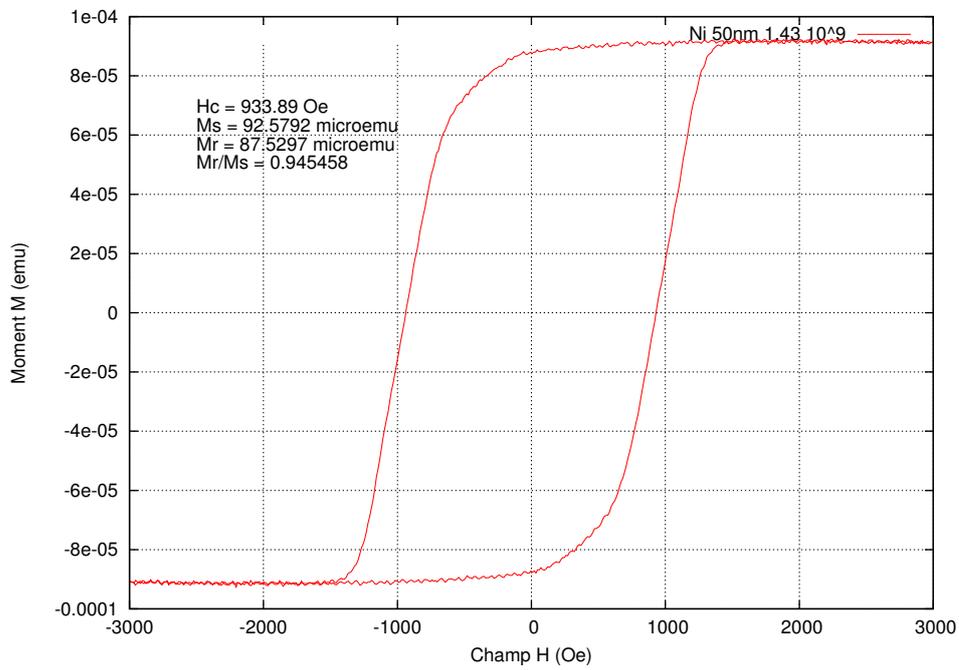


FIG. 3.15: Mesure de cycle d'hystérésis d'une membrane chargée de nanofils de nickel de 50 nm de diamètre, $1,43 \times 10^9$ pores $\cdot \text{cm}^{-2}$.

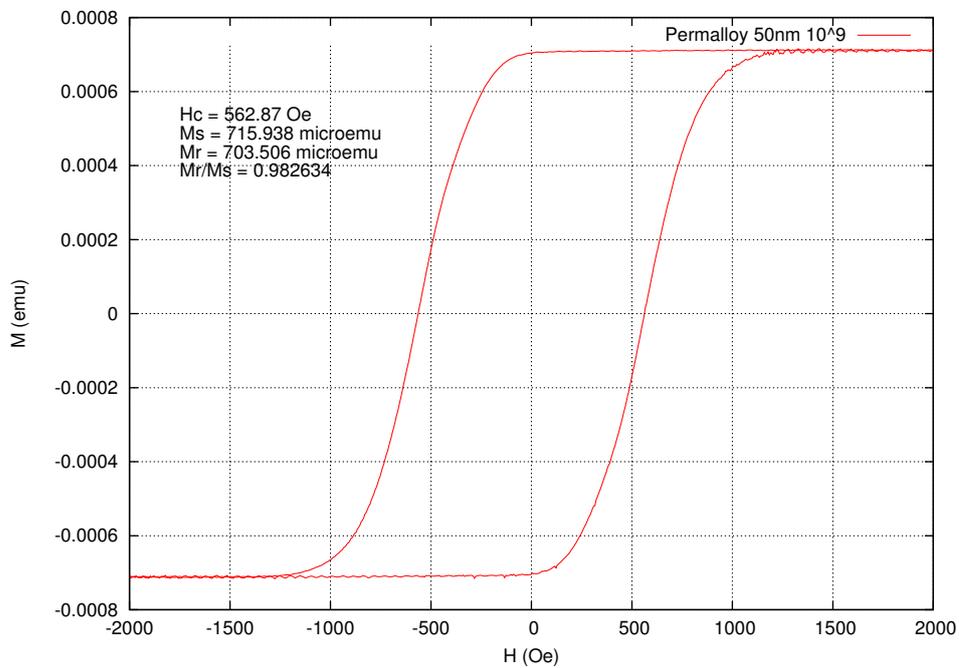


FIG. 3.16: Mesure de cycle d'hystérésis d'une membrane chargée de nanofils de $Ni_{80}Fe_{20}$ de 50 nm de diamètre, 10^9 pores $\cdot \text{cm}^{-2}$.

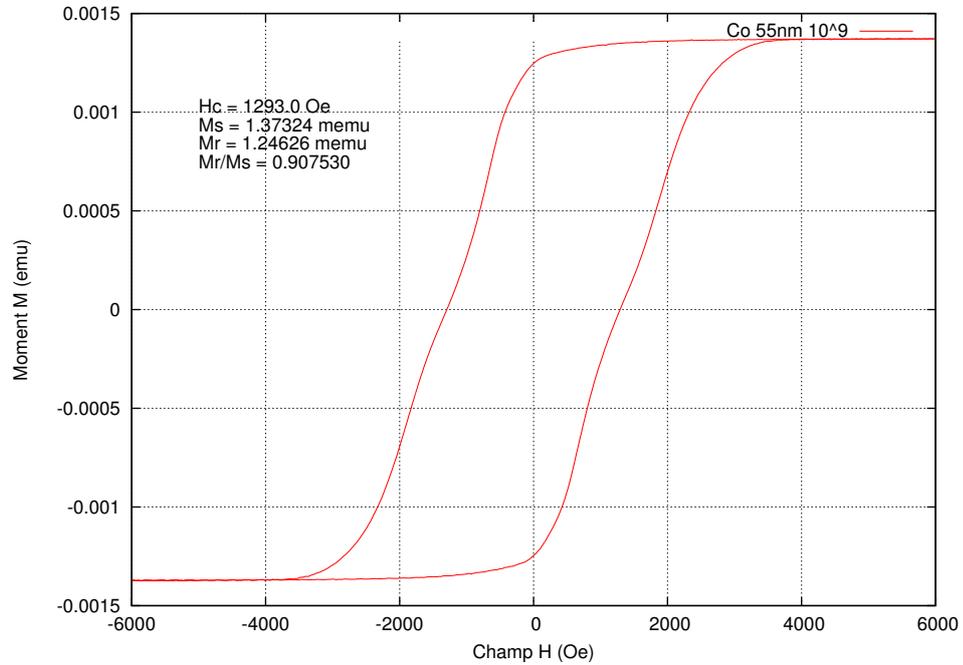


FIG. 3.17: Mesure de cycle d'hystérésis d'une membrane chargée de nanofils de cobalt de 55 nm de diamètre, 10^9 pores \cdot cm⁻² (électrodéposition sous un pH tel que l'axe c doit être parallèle aux fils).

Métal	H_c simulé	H_c mesuré
<i>Ni</i>	135 kA/m 1,7 kOe	80 kA/m 1 kOe
<i>Ni₈₀Fe₂₀</i>	100 kA/m 1,3 kOe	50 kA/m 0,6 kOe
<i>Co</i> hcp	380 kA/m 4,8 kOe	100 kA/m 1,3 kOe

TAB. 3.6: Champs coercitifs mesurés sur nanofils de 50 nm de diamètre, comparés aux valeurs simulées sur nanofil unique dans *Oommf*. Ces simulations sur nanofil unique ne tiennent pas compte des interactions entre nanofils.

Les mesures de cycle d'hystérésis sur des nanofils de cobalt de faibles diamètres indiquaient jusqu'ici un moment à la rémanence égal au moment à saturation et un champ coercitif de l'ordre de 240 kA/m (soit 3000 Oe), la dérivée $\frac{dM(H)}{dH}$ étant monotone lors du renversement [48].

Les nanofils composés d'un seul domaine et de même taille géométrique sont identiques, ce qui n'est plus garanti lorsque les nanofils comportent plusieurs domaines. La présence de ces domaines peut affaiblir le moment à la rémanence, et élargir les pertes magnétiques ΔH par l'excitation de modes magnétostatiques multiples, différents modes pouvant être favorisés selon la localisation des parois de domaines. Les mesures (figure 3.17) mettent en évidence des disparités entre les nanofils de cobalt au sein de la membrane. Les disparités entre nanofils peuvent être dues à des directions aléatoires d'anisotropie du cobalt, différentes d'un domaine à l'autre, qui se traduisent par un écart entre les valeurs de fréquence de résonance ferromagnétique mesurée et théorique [22]. Ces mesures nous conduisent à choisir du nickel ou des alliages nickel-fer préférentiellement au cobalt pour la réalisation de nouveaux échantillons, afin d'obtenir des membranes de nanofils aux caractéristiques reproductibles.

3.2.3 Propriétés magnétiques dynamiques

La connaissance des pertes magnétiques permet de choisir une fréquence de travail hors de la zone de fortes pertes et d'évaluer la limitation des performances due à ces pertes. Les mesures sur des membranes chargées de nanofils présentent des pertes magnétiques ΔH élevées, de l'ordre de 160 kA/m (soit 2000 Oe) [20], alors que la largeur de raie d'absorption à la résonance ferromagnétique observée sur un cylindre de métal est de l'ordre de 12 kA/m (soit 150 Oe) à 40 GHz d'après la littérature [12].

Nous avons adapté les dispositifs de mesure de pertes magnétiques des ferrites aux membranes chargées de nanofils. Pour une même série d'échantillons, les résultats obtenus à l'aide des méthodes de mesure des ferrites sont en accord avec les résultats obtenus par les méthodes classiques de mesure de résonance ferromagnétique des couches minces. Il est donc possible de comparer directement les résultats connus sur les ferrites aux résultats des mesures réalisées par des méthodes de mesure de couches minces effectuées sur les membranes de nanofils. Nous comparons les pertes magnétiques d'un nanofil unique aux pertes d'une membrane chargée d'un grand nombre de nanofils. Nous proposons une explication à l'écart relevé, que nous validons par une approche analytique et des simulations numériques. La compréhension des mécanismes d'élargissement de la raie d'absorption de la résonance ferromagnétique nous permet alors de proposer une solution aboutissant à une

largeur de raie réduite sur une collection de nanofils, du même ordre de grandeur que la largeur de raie observée sur un nanofil unique. Une telle réduction des pertes magnétiques autorise des fréquences de travail plus proches de la résonance ferromagnétique. Des valeurs de $\frac{\kappa}{\mu}$ plus importantes sont alors accessibles, ce qui est recherché pour concevoir un dispositif non-réciproque.

3.2.3.1 Relation entre les mesures sous champ constant et les mesures à fréquence fixée

Les mesures peuvent être effectuées à fréquence constante et à champ variable, ou à champ constant et à fréquence variable. La relation entre les résultats obtenus à champ constant et ceux obtenus à fréquence fixe apparaît dans l'expression (1.41) des composantes du tenseur de Polder [61, 83] illustrées figures 1.3 et 1.4 :

$$\chi_{\pm} = \frac{\omega_M}{(\omega_0 + j/T) \mp \omega}$$

ce qui donne

$$\chi_{\pm}'' = \frac{\omega_M \cdot T}{(\omega_0 \mp \omega)^2 \cdot T^2 + 1}$$

où $\omega_M = \gamma\mu_0 M_S$, $\omega_0 = \omega_{FMR}$ et $1/T = \gamma\mu_0 \cdot \Delta H/2$. Dans le cas d'un disque ou d'un cylindre d'axes colinéaire au champ appliqué H_a , on aura respectivement $\omega_0 = \gamma\mu_0 H_a - \omega_M$, et $\omega_0 = \gamma\mu_0 H_a + \frac{1}{2} \cdot \omega_M$ (1.1). La dissipation maximale est obtenue sur χ_+'' pour lequel le dénominateur est le plus faible, c'est donc χ_+'' qui sera à l'origine du pic d'absorption de la résonance ferromagnétique mesuré. Lorsque le champ appliqué augmente de dH , le champ interne H_i augmente également de dH (quels que soient les facteurs démagnétisants), ce qui a le même effet qu'une réduction de la fréquence $df = \gamma\mu_0 dH$. Ainsi, pour deux mesures à fréquences fixes distinctes, les pics d'absorption n'apparaîtront pas pour le même champ, l'écart entre pics étant donné par la relation $H_{pic_1} - H_{pic_2} = (f_2 - f_1) / (\gamma\mu_0)$, et de la même façon pour deux mesures à champ fixes distincts $f_{pic_1} - f_{pic_2} = \gamma\mu_0 (H_2 - H_1)$.

3.2.3.2 Mesure de pertes magnétiques globales

Les pertes magnétiques ont été mesurées sur le dispositif de mesure utilisé classiquement au laboratoire de céramique pour caractériser les pertes magnétiques ΔH des ferrites. Nous avons remplacé la bille de ferrite échantillon par plusieurs membranes, le dispositif de mesure et l'intégration des membranes à mesurer sont illustrés par la figure 3.18. Le champ magnétique

continu est dirigé selon l'axe du câble coaxial au niveau du court-circuit, où sont placés les échantillons. Le champ magnétique de l'onde hyperfréquence est perpendiculaire au champ continu au niveau du court-circuit (le champ électrique est nul dans le plan du court circuit). L'onde hyperfréquence interagit une première fois avec les échantillons placés sous champ avant d'être réfléchi et d'interagir une deuxième fois au retour vers l'analyseur. Les deux interactions ont lieu pour des configurations de champ continu et alternatif similaires à celles rencontrées au sein d'un dispositif non-réciproque à membrane de nanofils. Le champ magnétique continu est mesuré avec précision au niveau de l'échantillon par une sonde à effet Hall.

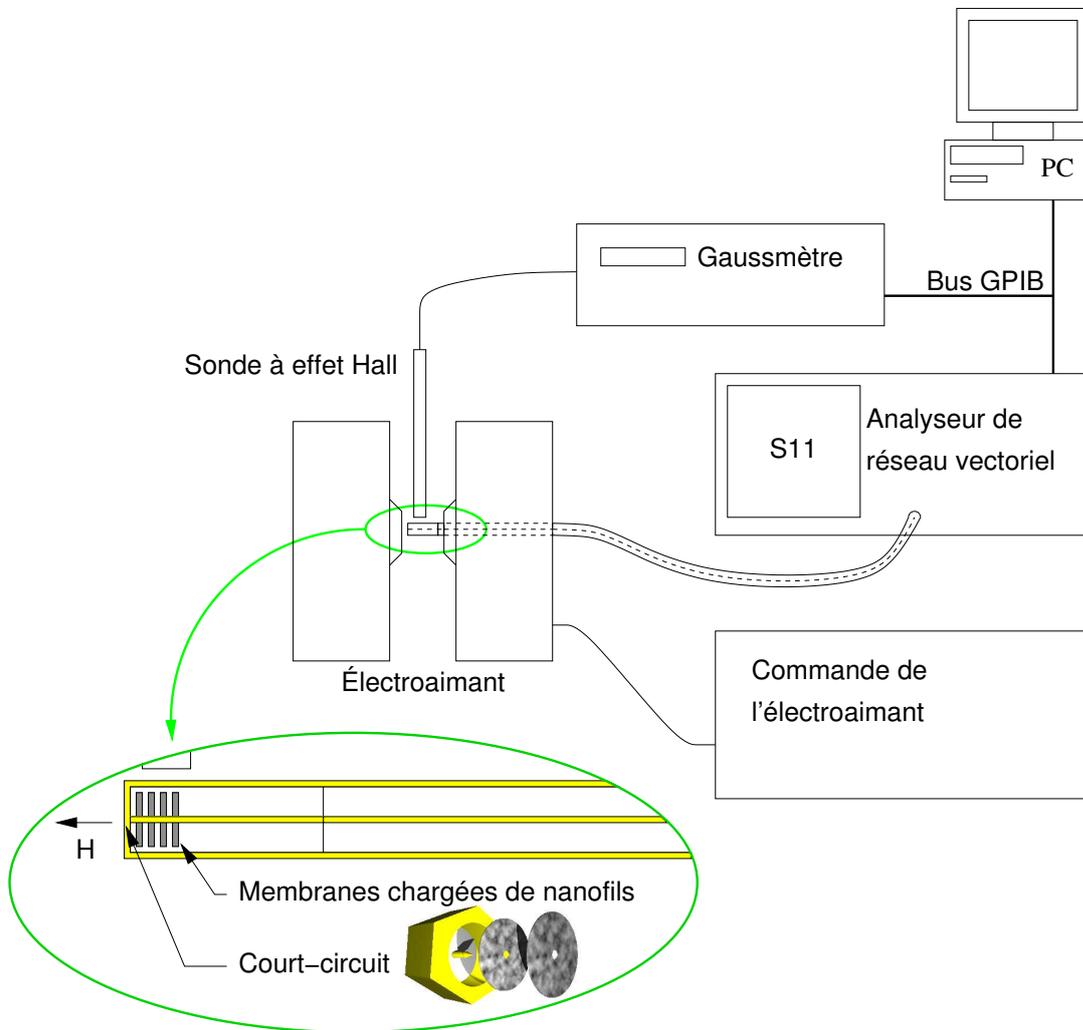


FIG. 3.18: Schéma du dispositif classique de mesure de pertes magnétiques ΔH des ferrites, utilisé pour mesurer les membranes chargées de nanofils métalliques magnétiques.

Une membrane contient un faible volume magnétique (3% de fils magnétiques, soit 3% du volume mesuré) en regard du volume de ferrite utilisé habituel (100% du volume mesuré). Afin d'obtenir une sensibilité suffisante, dix rondelles de membranes chargées de nanofils sont nécessaires. Chaque rondelle a un diamètre extérieur de 4 mm, le plan de masse des membranes est retiré, et chaque membrane est percée en son centre afin de pouvoir être empalée sur l'âme du court-circuit. Le court-circuit, au fond duquel se trouvent les dix épaisseurs de membranes, est placé dans l'entrefer d'un électroaimant, et connecté à un analyseur de réseau vectoriel (mesure du paramètre S_{11}). Le champ au voisinage du court-circuit est mesuré par une sonde à effet Hall, le champ de l'électroaimant peut être modifié, et l'analyseur de réseau peut fonctionner à fréquence fixe ou balayer une plage de fréquence.

Les mesures sur des membranes chargées de nanofils de nickel mettent en évidence des pertes magnétiques $\Delta H = 240$ kA/m (soit 3000 Oe) (figures 3.19, 3.20).

Les mesures permettent d'évaluer la constante γ et la fréquence de résonance à champ nul du nickel, comme présenté figure 3.21 : on trouve une constante gamma de $3,3 \pm 0,5$ GHz/kOe et une fréquence de résonance à champ nul extrapolée à environ 10 ± 3 GHz, en bon accord avec les valeurs $f_{H=0} = 8 \pm 3$ GHz et $\gamma = 2,8 \pm 0,15$ GHz/kOe de la littérature [44, 53].

La reproductibilité des échantillons n'étant pas garantie, le dispositif de mesure précédent 3.18 n'est pas retenu pour la caractérisation systématique des échantillons, en raison du volume d'échantillon utilisé et de la nature destructive de cette mesure (les rondelles de 4 mm de diamètre percées en leur centre ne peuvent plus être utilisées dans un dispositif circulateur). Il a cependant permis de comparer les résultats obtenus sur la mesure de ΔH des membranes chargées de nanofils et des ferrites. Dans le but de réaliser la mesure avec une seule rondelle de 4 mm de diamètre, un second dispositif conçu par ailleurs pour la caractérisation des pertes ΔH_{eff} des ferrites est utilisé (figure 3.22). La mesure s'effectue cette fois en transmission (mesure du S_{21}), et l'échantillon est idéalement placé dans un ventre de champ magnétique d'un résonateur coaxial, ce qui permet d'augmenter la sensibilité, et donc d'utiliser moins de matériau pour la mesure. En pratique, l'échantillon est introduit au milieu du résonateur, là où les modes TEM impairs présentent un maximum de champ magnétique. À champ fixe, les fréquences de mesure utiles sont alors discrètes : en dehors de ces fréquences, le milieu du résonateur ne correspond plus à un ventre de champ magnétique. Ce dispositif est utilisé pour déterminer les pertes hors résonance ΔH_{eff} des matériaux ferrites, il permet de détecter de faibles pertes, et les résultats sont présentés figure 3.23.

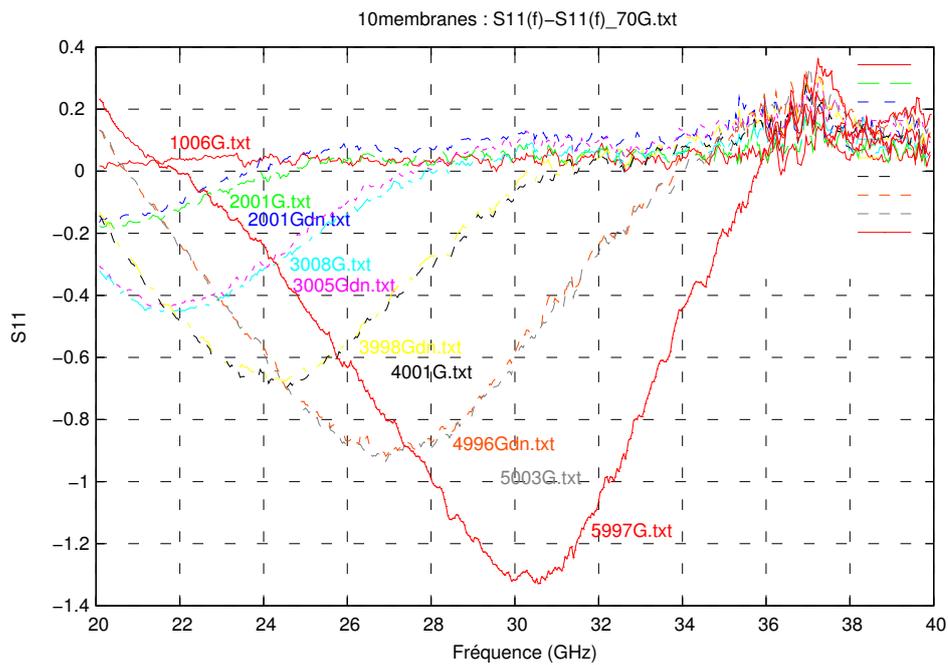


FIG. 3.19: Mesure de pertes magnétiques sur nanofils de nickel, balayage en fréquence, à champ fixe, normalisée par rapport à une mesure à très faible champ (induction de 70 Gauss, soit un champ magnétique de 5,6 kA/m ou encore 70 Oe). Mesures réalisées pour des champs fixes successifs croissants (1006 Gauss, 2001 Gauss, ..., 5997 Gauss) puis décroissants marqués par les lettres “dn” (4996 Gauss, 3998 Gauss, 3005 Gauss, ..., 2001 Gauss). La superposition des courbes en champ croissant et décroissant indique que, sans inversion du champ magnétique, la réponse du matériau n’est pas hystérétique. Les pertes magnétiques ΔH déterminées d’après ces mesures sont de l’ordre de 2500 Oe (pour $\gamma = 3,3$ GHz/kOe), soit $\Delta H = 200$ kA/m.

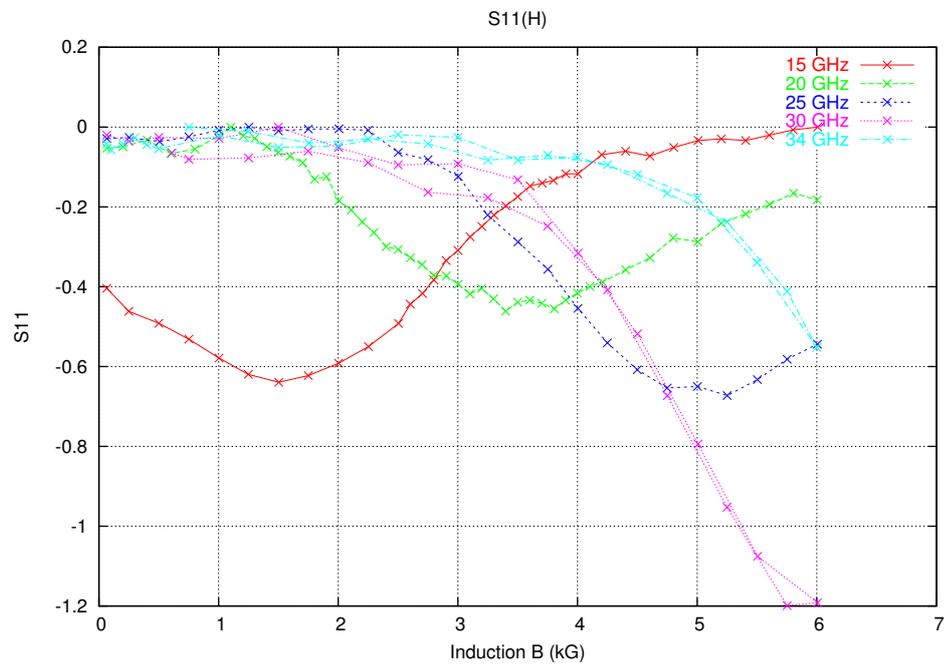


FIG. 3.20: Mesure de pertes magnétiques sur nanofils de nickels, balayage en champ, à fréquence fixe. Les pertes magnétiques lisibles directement à mi-hauteur des pics d'absorption sont de l'ordre de 2500 Oe (soit 200 kA/m), en bon accord avec les mesures par balayage en fréquence 3.19.

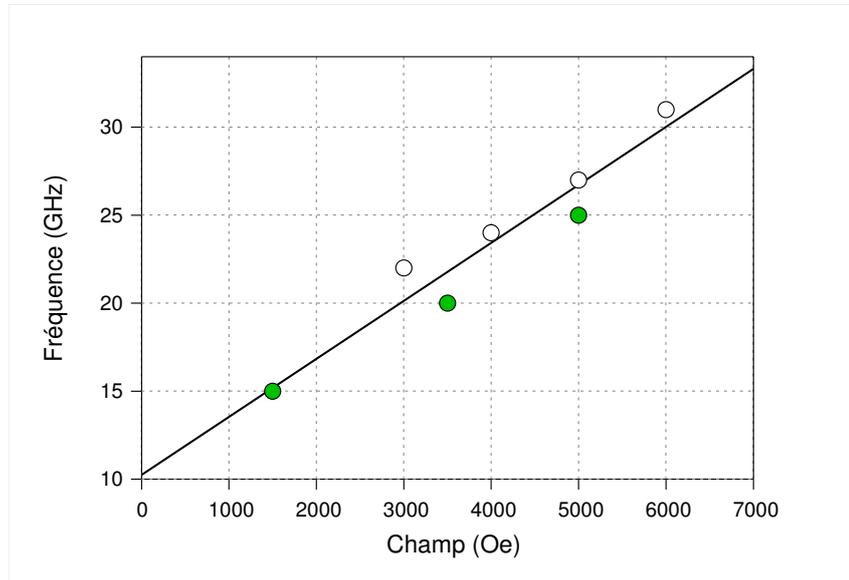


FIG. 3.21: Relation entre fréquence et champ magnétique sur des nanofils de nickel. Les cercles remplis sont issus des mesures à fréquence fixe, les cercles vides sont issus des mesures à champ fixe. Par régression linéaire, on trouve la relation $f_{GHz} = 10,2 \text{ GHz} + 3,3 \text{ GHz/kOe} \cdot H_{kOe}$

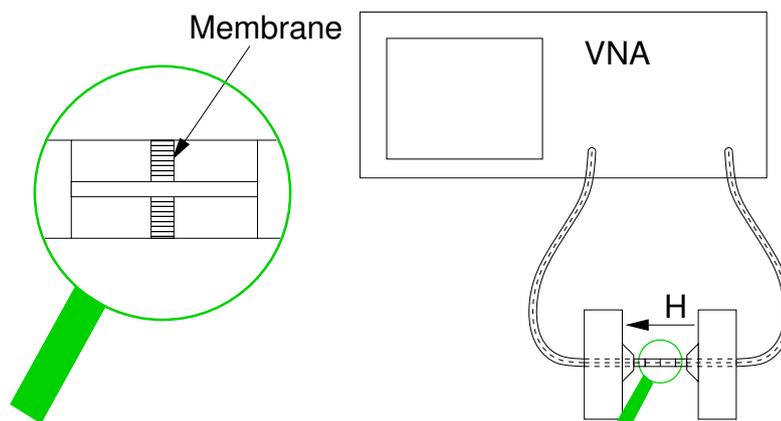


FIG. 3.22: Schéma simplifié du second dispositif de mesure de pertes magnétiques ne nécessitant qu'une rondelle de membrane. La membrane est placée au centre d'un résonateur mesuré en transmission. La longueur du résonateur étant grande devant le diamètre, les modes TE_{01p} sont prépondérants.

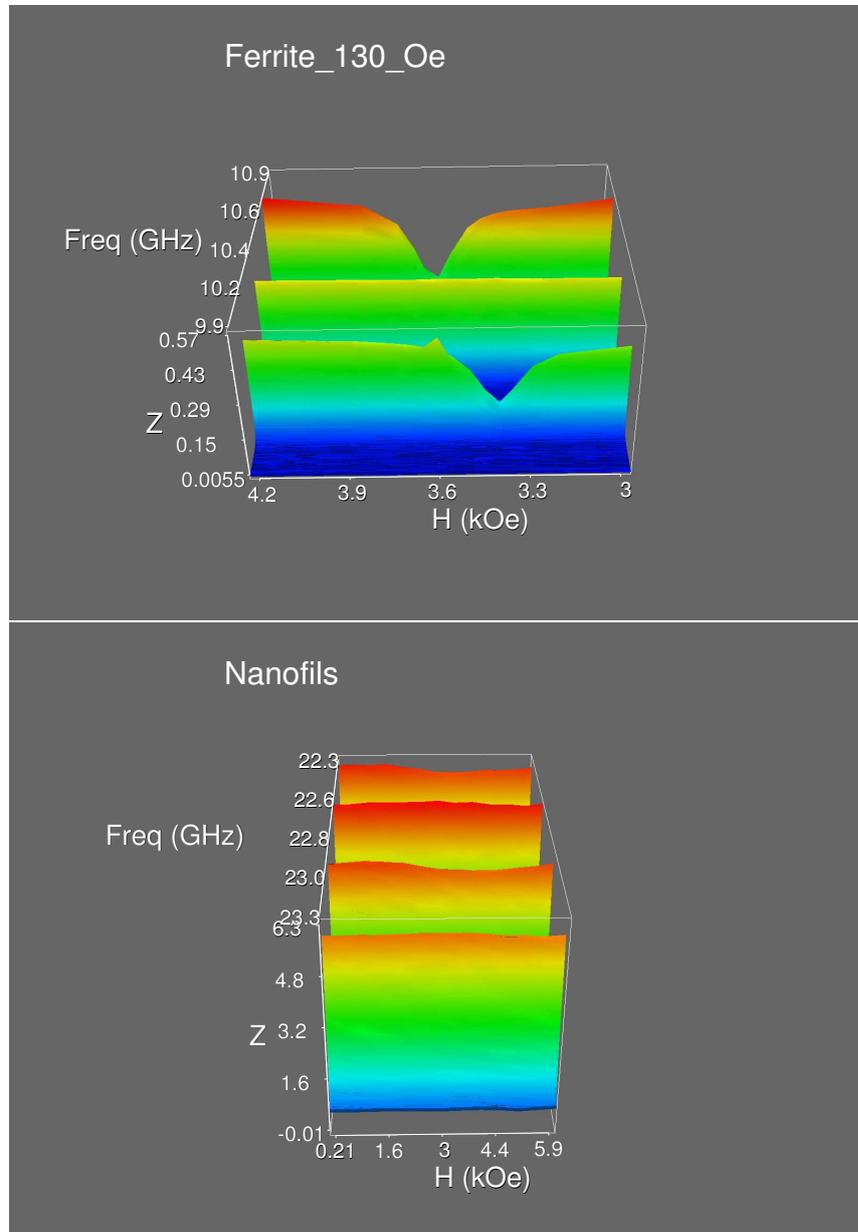


FIG. 3.23: Mesure des pertes d'absorption magnétique d'une bille de ferrite de 0,5 mm de diamètre et d'un échantillon de membrane chargée de nanofils de nickel. Les résonances présentent alternativement un ventre ou un noeud de champ magnétique au niveau de la membrane, ce qui explique que l'absorption ne soit visible que pour une fréquence de résonance sur deux. Ces mesures montrent que cette méthode n'est pas adaptable directement aux membranes chargées de nanofils. Cela s'explique par le ratio volume d'échantillon/volume du résonateur trop faible pour atteindre une sensibilité suffisante.

Les mesures (figures 3.19, 3.20 et 3.23) obtenues sur les membranes chargées de nanofils à l'aide des dispositifs de caractérisation utilisés sur les ferrites sont comprises entre 160 et 200 kA/m (soit entre 2000 Oe et 2500 Oe) sur les échantillons de nickel, soit du même ordre de grandeur que les valeurs précédemment mesurées à UCL [31]. Pour un même matériau, les valeurs de la littérature obtenues par des méthodes de caractérisation classique de couches minces sont donc comparables aux valeurs obtenues par les méthodes de caractérisation classiques des ferrites.

Le volume de matériau magnétique au sein d'une membrane est significativement plus faible que le volume de matériau magnétique au sein d'un ferrite de même volume global. Cela explique pourquoi il est nécessaire d'utiliser plusieurs membranes, ou de modifier le dispositif de mesure, si l'on souhaite effectuer les mesures de membranes de la même façon que l'on caractérise les ferrites. Cependant, un fort effet magnétique $\frac{\kappa}{\mu}$ est souhaitable pour les dispositifs, et la faiblesse des signaux mesurés sur les membranes indique qu'il ne suffira pas de remplacer un ferrite par une membrane de même volume. L'effet magnétique des membranes de nanofils est détaillé au chapitre 4.

Par ailleurs, l'équipe du CEA SPEC ayant un dispositif adapté à de faibles volumes d'échantillon, des mesures de pertes magnétiques globales ont été réalisées par cette équipe dans le cadre d'une collaboration : l'échantillon est placé sur un résonateur microruban, le champ magnétique appliqué est modulé, la dérivée de la puissance réfléchiée rapportée à la dérivée du champ appliqué est mesurée en fonction du champ magnétique par détection synchrone. Les résultats ainsi obtenus sur une membrane de nanofils de Permalloy $Ni_{80}Fe_{20}$ sont présentés figure 3.24. D'après ces mesures, on aboutit à la relation $f_{GHz} = 13,6 \text{ GHz} + 3 \text{ GHz/kOe} \cdot H_{kOe}$ en bon accord avec la littérature [44] et avec les résultats obtenus figures 3.19, 3.20 et 3.23. La largeur de raie du spectre d'absorption ΔH est de l'ordre de 80 kA/m (soit 1000 Oe), significativement plus faible que sur les échantillons de nanofils de cobalt ou nickel [29, 44], conformément à la littérature [78]. Les mesures par détection synchrone sur un faible volume de membrane utilisées habituellement pour caractériser les couches minces en laboratoire, les mesures présentées dans la littérature et celles effectuées classiquement sur les ferrites aboutissent donc à des résultats directement comparables, bien que les méthodes et dispositifs de mesure soient différents. Il est donc possible de caractériser de faibles volumes d'échantillons de membranes par détection synchrone, et d'utiliser directement les résultats lors de la conception d'un dispositif non-réciproque de la même façon que l'on exploite les mesures sur ferrites.

Pour des champs appliqués plus forts que le champ permettant d'observer la résonance, ou pour des fréquences plus faibles que celle du mode de

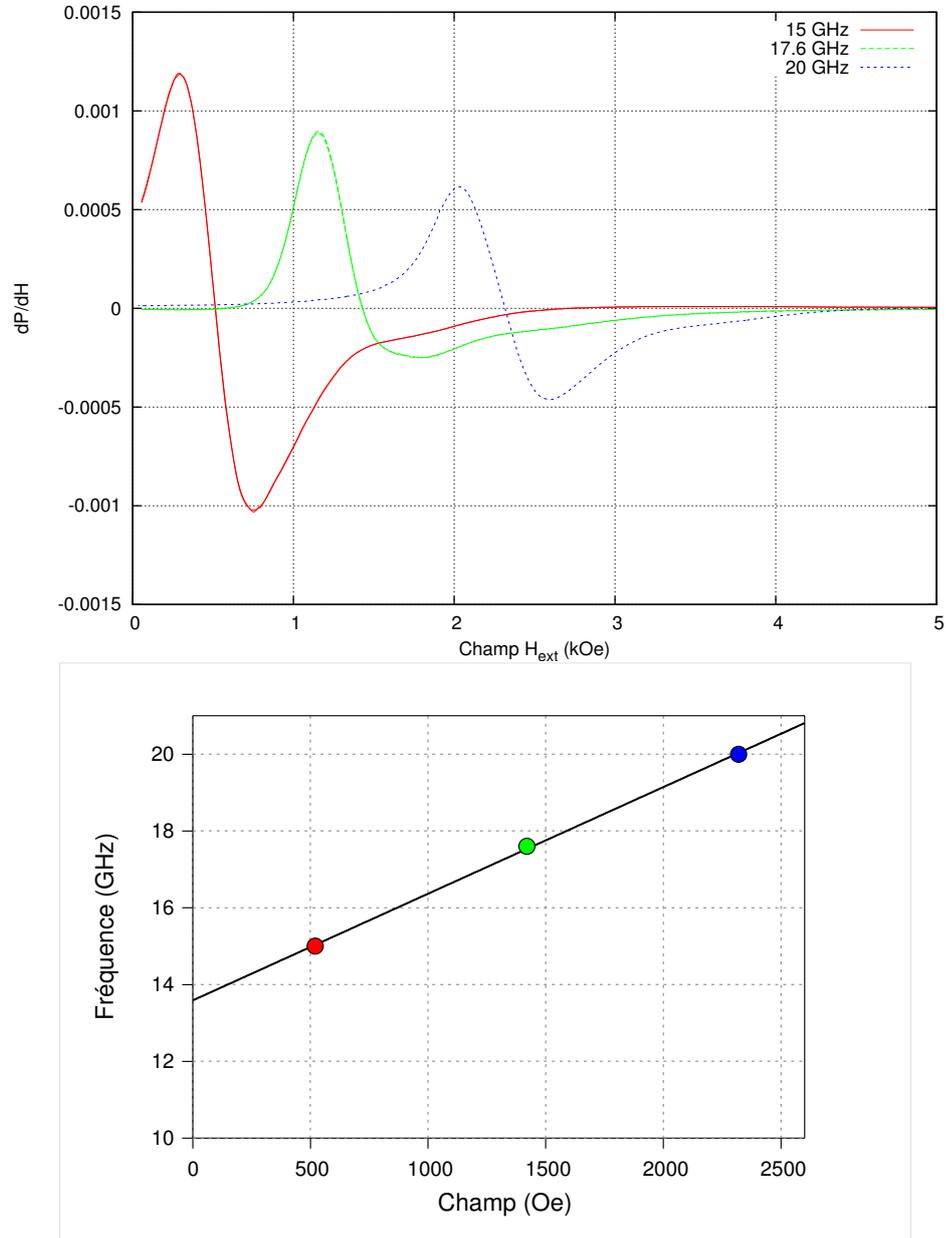


FIG. 3.24: Dérivée du spectre d'absorption ferromagnétique à différentes fréquences pour une membrane chargée de nanofils de Permalloy $Ni_{80}Fe_{20}$ et dépendance en champ de la fréquence de résonance ferromagnétique. Par régression linéaire on trouve la relation $f_{GHz} = 13,6 \text{ GHz} + 3 \text{ GHz/kOe} \cdot H_{kOe}$. La largeur de raie ΔH est obtenue par le produit de la différence de champ entre le maximum et le minimum du signal dP/dH par $\sqrt{3}$.

résonance uniforme, on observe figure 3.24 une altération de la réponse correspondant aux modes magnétostatiques non-uniformes. Dans le cas d'un nanofil cylindrique en effet, la fréquence de résonance du mode uniforme est située en haut de la bande de dispersion des magnons dégénérés : un champ magnétique plus élevé que celui correspondant à l'excitation de la précession uniforme permet d'observer les modes d'énergies plus faibles, c'est-à-dire observer les modes non-uniformes de la bande de magnons de fréquence inférieure à la fréquence du mode uniforme (figure 3.25). La fréquence de travail d'un dispositif non-réciproque fonctionnant en dessous de la fréquence de résonance ferromagnétique doit donc être plus fortement éloigné de cette fréquence que celle d'un dispositif similaire fonctionnant au-dessus de la résonance. Dans le cas contraire, le dispositif fonctionnant à fréquence plus basse subirait des pertes magnétiques plus importantes dues à l'excitation des modes non-uniformes d'énergie plus faible que le mode de précession uniforme.

Nous avons donc montré que les résultats des mesures par détection synchrone, adaptées à de faibles volumes d'échantillons de membrane, sont similaires à ceux obtenus avec les dispositifs de caractérisation des ferrites, et peuvent être utilisés directement lors de la conception de dispositifs non-réciproques. Les valeurs obtenues dans la littérature par ce moyen (ΔH entre 80 et 200 kA/m, soit entre 1000 et 2500 Oe) [29, 44, 78] peuvent ainsi être directement exploitées. Nous avons également montré que les modes non-uniformes de fréquence inférieure à celle du mode uniforme ne peuvent être négligés : ils doivent être pris en compte pour le choix d'une fréquence de travail inférieure à la fréquence de résonance ferromagnétique.

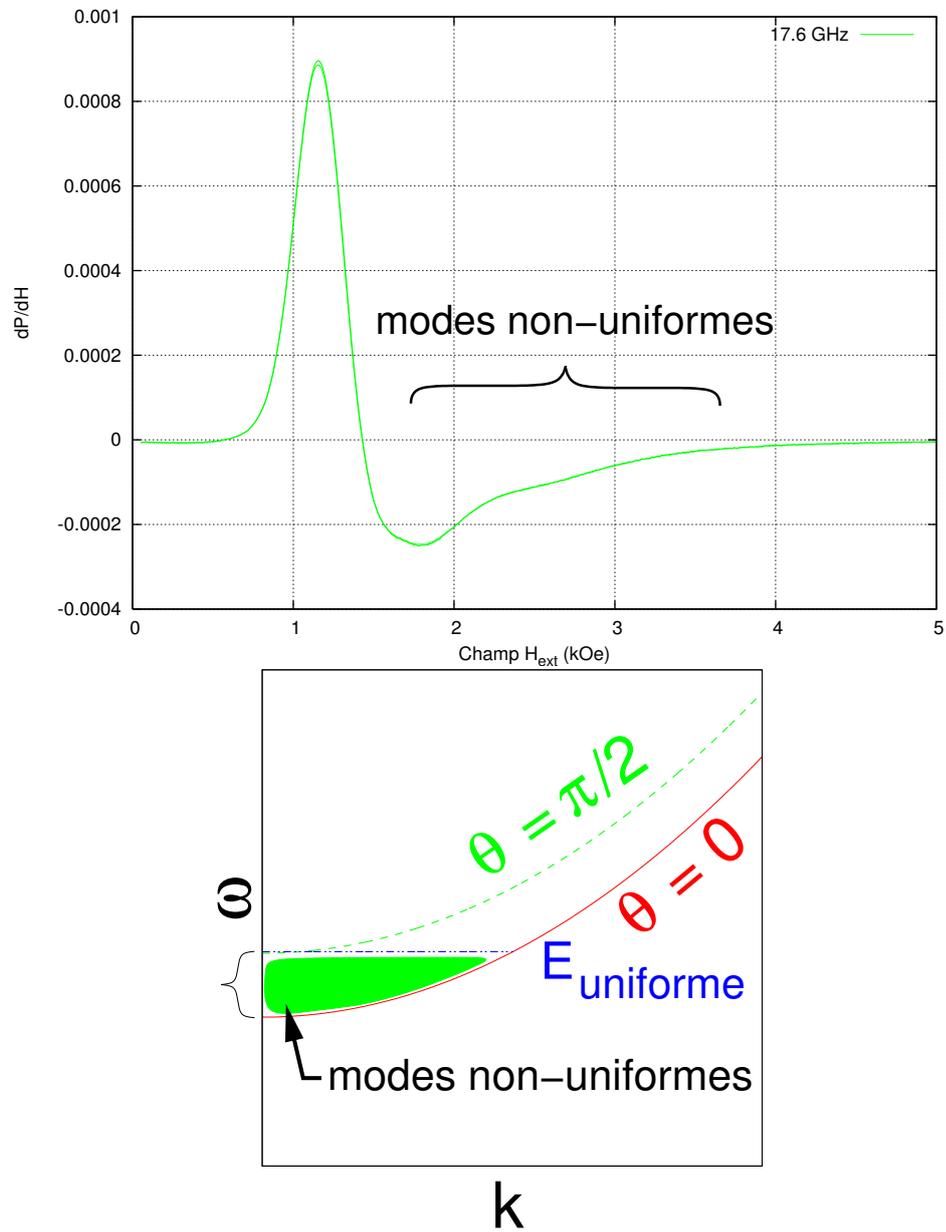


FIG. 3.25: Des champs plus élevés que celui permettant d'observer le mode de précession uniforme permettent d'exciter des modes de fréquence plus basse : ces modes ne peuvent être négligés pour un cylindre (figure 1.3).

3.2.3.3 Mesures de pertes magnétiques d'un nanofil unique

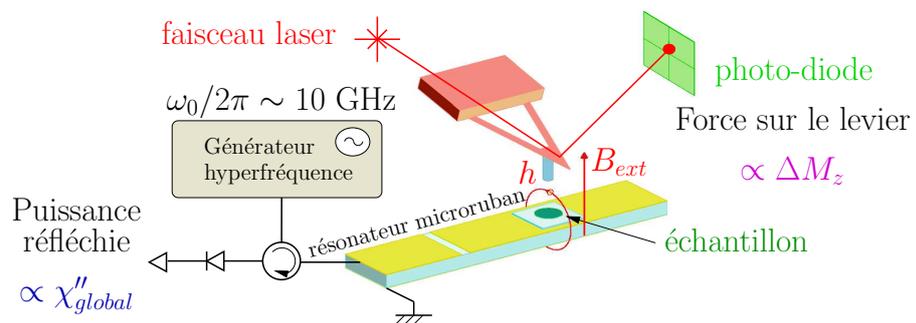
Afin de déterminer si l'élargissement se produit au niveau des nanofils, individuels, ou s'il résulte des interactions ou de la dispersion entre nanofils, le spectre d'absorption magnétique d'un nanofil unique a été mesuré en collaboration avec l'équipe d'Olivier Klein au CEA-SPEC (Orme des merisiers). En effet, un dispositif MRFM conçu par cette équipe permet de mesurer l'absorption magnétique dans une zone localisée d'un échantillon soumis à un champ hyperfréquence [58], selon le principe illustré figure 3.26 :

- un résonateur microruban $\lambda/2$ permet de concentrer le champ dans la zone où se trouve l'échantillon.
- le champ magnétique statique B_{ext} appliqué est perpendiculaire au plan de l'échantillon,
- le champ magnétique hyperfréquence h généré par le résonateur tourne autour du conducteur.
- la sonde magnétique est placée à l'extrémité d'un levier micrométrique, dont la fréquence de résonance mécanique est modifiée lorsqu'une force s'exerce sur la sonde.

La variation de la fréquence de résonance mécanique du levier en fonction du champ magnétique statique B_{ext} permet d'obtenir le spectre d'absorption magnétique localement à proximité de la sonde, pour une fréquence du signal électromagnétique hyperfréquence égale à la fréquence de résonance du résonateur $\lambda/2$. La puissance envoyée dans l'échantillon est dissipée, rayonnée ou finalement renvoyée dans le circuit. La puissance renvoyée dans le circuit est séparée du signal d'émission à l'aide d'un circulateur, puis détectée. La variation de cette puissance en fonction du champ magnétique B_{ext} permet d'obtenir le spectre d'absorption global de l'échantillon macroscopique.

Toutefois, le dispositif initial fonctionne avec des disques plats de Permalloy, et la fréquence propre du résonateur (10,47 GHz) n'est pas adaptée à une mesure de nanofils magnétiques.

Sous un même champ appliqué, la fréquence de résonance ferromagnétique d'un nanofil est plus élevée que celle d'un disque plan du même matériau, de par la contribution des champ démagnétisants [57]. Lors de la mesure, le champ magnétique est appliqué dans le même sens que l'aimantation à rémanence du nanofil, ce qui augmente la fréquence de résonance ferromagnétique. La fréquence de résonance d'un nanofil de nickel est très voisine de 10 GHz : un résonateur à 10 GHz ne permettra d'observer au mieux que la moitié du pic d'absorption de la résonance ferromagnétique. En observant à plus haute fréquence, l'application de différentes valeurs de champ magnétique permet d'observer l'absorption de part et d'autre du pic de résonance ferromagnétique, et ainsi de mesurer correctement le pic, comme illustré figure 3.27.



B_{ext} = champ de polarisation DC
 h = champ hyperfréquence
 M_t = composante de M_s
 perpendiculaire à z
 ΔM_z = variation de la composante de
 M_s selon z
 χ'' : déterminé à partir de la mesure
 de ΔM_z et de la connaissance de h

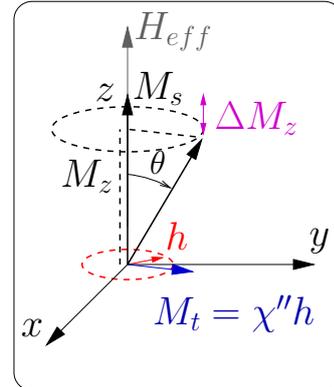


FIG. 3.26: Schéma de principe du dispositif de mesure des pertes magnétiques d'un nanofil unique, par déflexion d'un levier dont l'extrémité porte une sonde magnétique. Les pertes magnétiques globales de l'échantillon sont mesurées simultanément par l'enregistrement du paramètre S_{11} du résonateur (d'après O. KLEIN)[58].

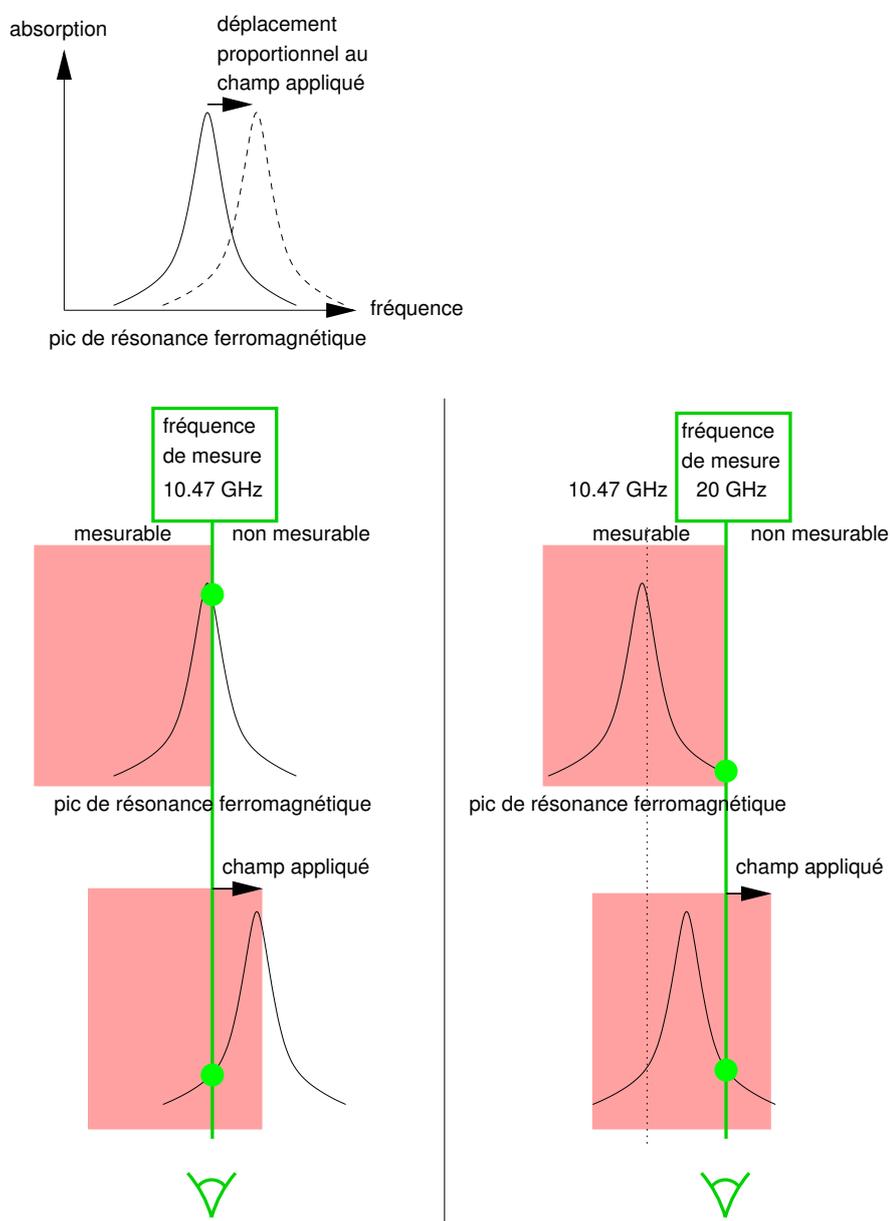


FIG. 3.27: Observer à plus haute fréquence pour pouvoir balayer en champ tout le pic d'absorption. Les points situés à droite de la zone colorée ne sont pas mesurables à la fréquence du résonateur, quel que soit le champ magnétique appliqué. Le point mesurable pour un champ donné est représenté par un point vert.

3.30 pour un nanofil unique (largeur de raie à mi-hauteur du pic principal : $\Delta H_{nanofil} = 200$ Oe, soit 16 kA/m).

La réponse globale figure 3.29 présente moins de distorsions que la figure 3.24. La densité en nanofils est en effet plus faible figure 3.29, les interactions entre nanofils susceptibles de favoriser l'excitation de modes non-uniformes sont donc globalement moins fortes.

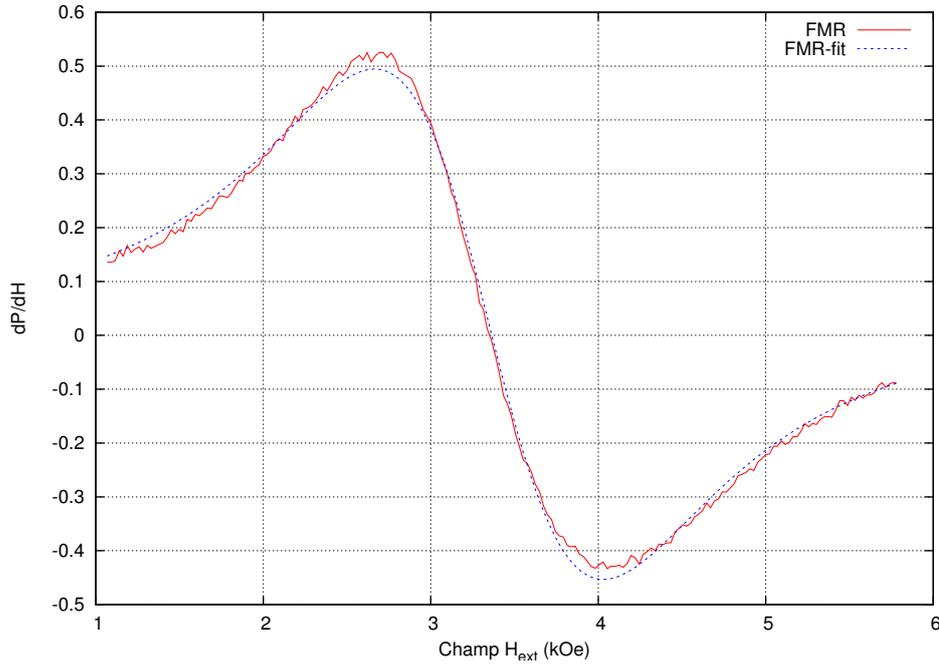


FIG. 3.29: Dérivée du spectre d'absorption global sur membrane macroscopique mesuré à 19,53 GHz. Le maximum et le minimum de la dérivée sont séparés de 1400 Oe. On en déduit $\Delta H = \sqrt{3} \cdot 1400$: $\Delta H_{global} = 2400$ Oe soit 190 kA/m.

Dans le cas d'un cylindre, le mode de précession uniforme, situé à une fréquence plus élevée que les autres modes magnétostatiques de même énergie, est excité pour des valeurs de champ magnétique plus faibles que les autres modes. Le pic le plus marqué sur les mesures de la figure 3.30, obtenu à un champ plus faible que les autres pics significatifs, correspond donc au mode uniforme. Ce pic est obtenu pour un champ plus élevé à 19,53 GHz qu'à 18,45 GHz. L'écart théorique entre les pics mesurés à 18,45 GHz et 19,53 GHz est de $(f_1 - f_2) / \gamma$ soit 32 kA/m (ou encore 400 Oe), ce qui correspond à la mesure (2250 Oe à 18,45 GHz, 2650 Oe à 19,53 GHz pour le pic principal) : le pic prépondérant mesuré n'est donc pas un artefact, il correspond bien à la résonance ferromagnétique.

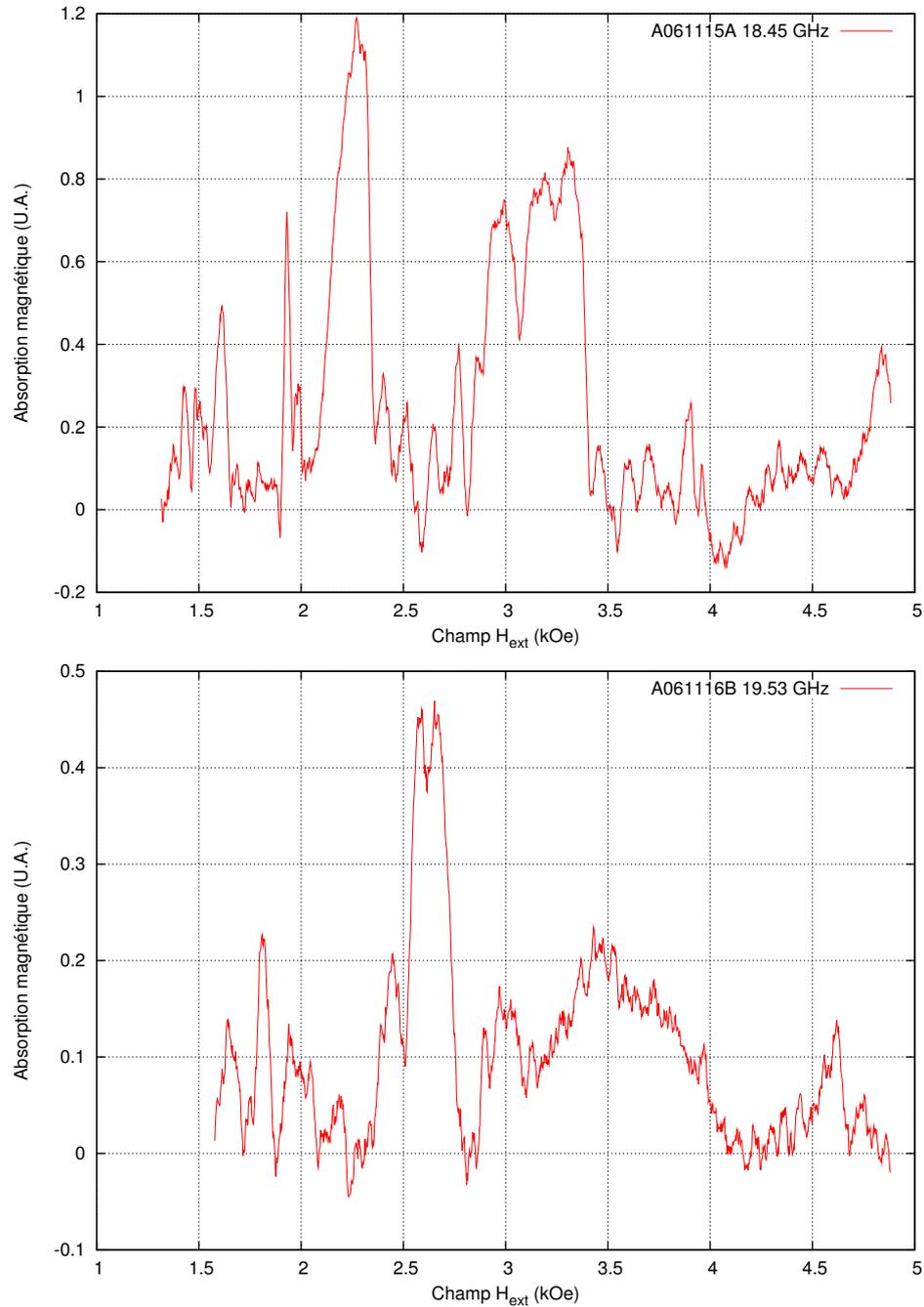


FIG. 3.30: Spectre d'absorption sur un nanofil unique, excité à 18,45 GHz puis excité à 19,53 GHz. Le pic principal apparaît à champ plus élevé lorsque la fréquence d'observation est plus élevée.

Les pics secondaires correspondent à d'autres modes du diagramme de dispersion. Nous expliquons leur niveau élevé par la topologie de l'extrémité d'un nanofil, fort différente de l'extrémité d'un ellipsoïde parfait. Également, la présence de la sonde à proximité des extrémités du nanofil sondé peut favoriser l'excitation de certains modes magnétostatiques autres que le mode de précession uniforme. Nous en déduisons qu'en l'absence de sonde, les pics de certains modes secondaires sont d'amplitude réduite par rapport aux mesures de la figure 3.30.

La largeur de raie à mi-hauteur du pic d'absorption correspondant à la précession uniforme est de l'ordre de 16 kA/m (soit 200 Oe) sur un nanofil unique, alors que sur l'échantillon macroscopique $\Delta H = 190$ kA/m (soit 2400 Oe).

3.2.3.4 Interprétation et discussion sur les mesures

Afin d'expliquer l'origine de l'élargissement du pic d'absorption lors du passage à une collection de nanofils, nous formulons les hypothèses suivantes :

- le spectre d'absorption d'un nanofil au sein d'un dispositif macroscopique peut être réduit à un seul pic d'absorption correspondant à la précession uniforme.
- une répartition non homogène des nanofils engendre un champ dipolaire différent pour chaque fil.
- le champ dipolaire modifie le champ magnétique externe perçu par un nanofil et déplace en fréquence le pic d'absorption magnétique de ce fil.
- la dispersion sur la distance entre nanofils se traduit par un grand nombre de nanofils très proches, pour ces fils le déplacement en fréquence du pic est grand devant la largeur de ce pic.
- la largeur de raie de l'enveloppe des pics d'absorption d'une collection de nanofils ($>100\ 000$) répartis aléatoirement est fixée par la dispersion sur les déplacements en fréquence de ces pics.

Ces hypothèses sont illustrées par le schéma de la figure 3.31. Leur pertinence est vérifiée ci-après, par l'évaluation du champ dipolaire et par simulation micromagnétique.

3.2.3.5 Champs dipolaires au sein d'une collection de nanofils

Afin de déterminer l'influence de la position relative des nanofils entre eux sur le champ dipolaire, la formule exprimant le champ magnétique à distance donnée d'un dipôle isolé est utilisée. La distance entre nanofils pouvant être largement inférieure à la hauteur de fil (distance moyenne de 300 nm entre des fils de 20 microns de haut), on ne peut assimiler un nanofil à un dipôle

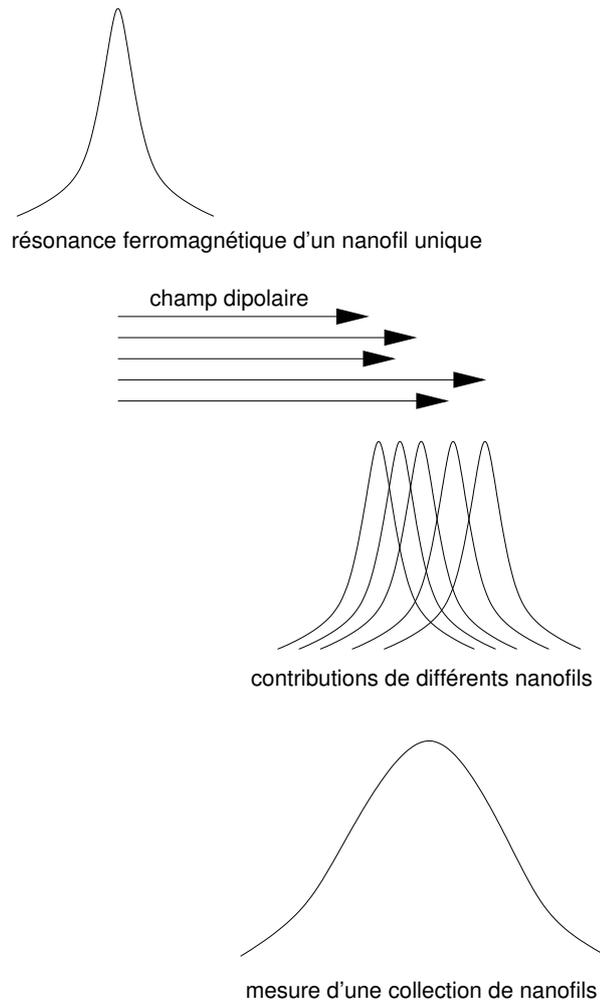


FIG. 3.31: Élargissement du pic d'absorption magnétique due à la dispersion de champ dipolaire d'un nanofil à l'autre.

ponctuel. Le nanofil est modélisé par un dipôle dont la géométrie est un segment long, l'influence du rayon du nanofil sur le profil de champ généré est alors négligée. Les grandeurs géométriques L , R_1 , R_2 , h , $dist$ sont alors définies comme présenté figure 3.32.

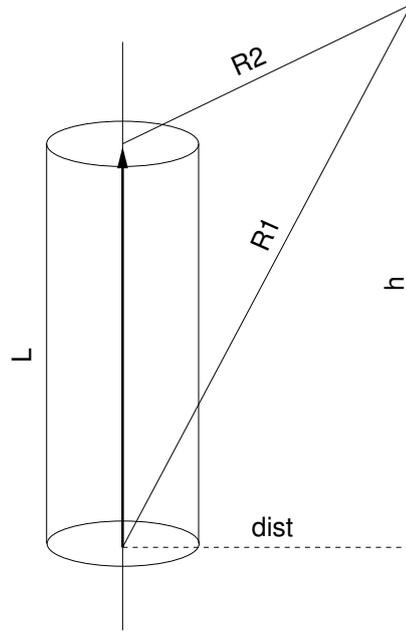


FIG. 3.32: Grandeurs géométriques d'un nanofil et définition de la position d'un point par rapport au nanofil.

Le champ magnétique $\vec{H} = \vec{\nabla}\Phi$ est alors donné par la formule (1.22) :

$$\Phi = \frac{1}{4 \cdot \pi} \cdot \pi \cdot rayon^2 \cdot M_0 \cdot \left(\frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right)$$

avec M_0 le moment à saturation du métal et $rayon$ le rayon du nanofil.

Dans d'autres travaux [18] le nanofil est modélisé par de multiples dipôles empilés, mais la modélisation par deux dipôles permet de retrouver les mêmes résultats tout en étant plus rapide en calcul.

L'allure du champ est présentée figure 3.33. Il apparaît que le champ dépend fortement de l'altitude par rapport à la base et par rapport au sommet du nanofil, et dépend également de la distance au nanofil.

Les échantillons utilisés habituellement ont une densité de nanofils de l'ordre de 1 à $1,5 \times 10^9 \text{ fils} \cdot \text{cm}^{-2}$, pour des diamètres compris entre 40 nm et 50 nm . Si tous les nanofils sont répartis régulièrement, la distance moyenne entre deux nanofils voisins est alors de 300 nm . À cette distance, le champ

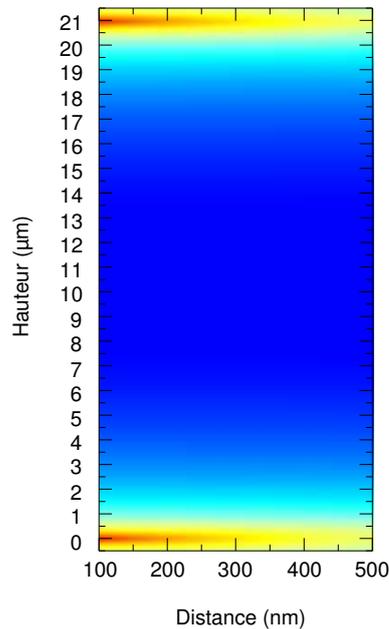


FIG. 3.33: Allure du champ magnétique généré par un nanofil de cobalt en fonction de la distance au fil et de l'altitude par rapport à la base du nanofil. Le nanofil considéré est haut de 21 microns pour un diamètre de 50 nm. Le champ est très faible à mi-hauteur, il est fort et varie fortement près des extrémités du nanofil.

magnétique engendré par un nanofil de cobalt est donné par le graphe figure 3.34. Le maximum de champ est de 3,5 kA/m (soit 40 Oe environ), ce qui est très faible par rapport aux pertes magnétiques de 160 kA/m (soit 2000 Oe) relevées sur les échantillons. Le champ dipolaire de nanofils voisins de 300 nm les uns des autres ne suffit donc pas à expliquer l'élargissement du pic d'absorption magnétique.

Dans le cas de membranes de polymère irradiées, la répartition des nanofils n'est pas régulière, comme postulée dans le paragraphe précédent. Au contraire, les images microscopiques mettent en évidence la présence d'un grand nombre de nanofils voisins, ce qui est conforme à une répartition aléatoire : la probabilité d'avoir un nanofil à l'emplacement (x_1, y_1) est identique à la probabilité d'avoir un nanofil à l'emplacement (x_2, y_2) , quels que soient x_1, y_1, x_2, y_2 et ce indépendamment de la position des autres nanofils, comme l'illustre la figure 3.35 .

L'échantillon de membrane à faible densité utilisé pour la mesure de nanofils isolés est rempli de nanofils de 300 nm de diamètre. Dans le cas de nanofils tangents, le champ dipolaire n'est plus négligeable devant la largeur du pic d'absorption, comme l'illustre la figure 3.36.

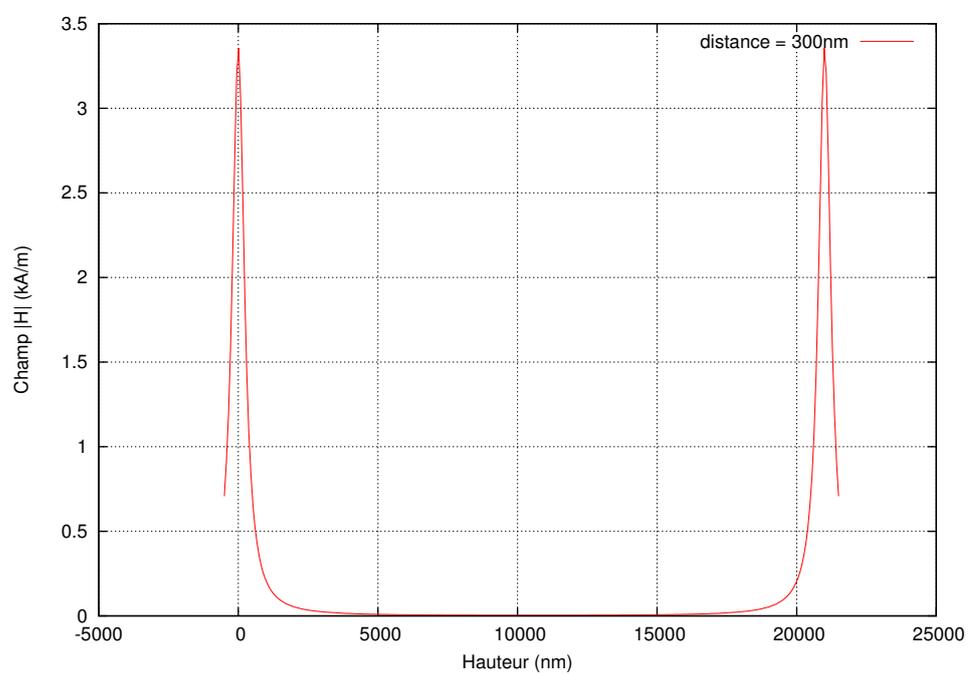
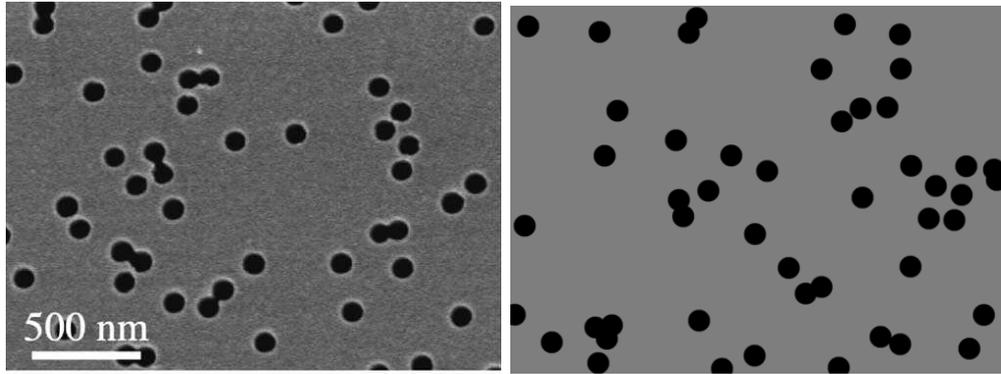
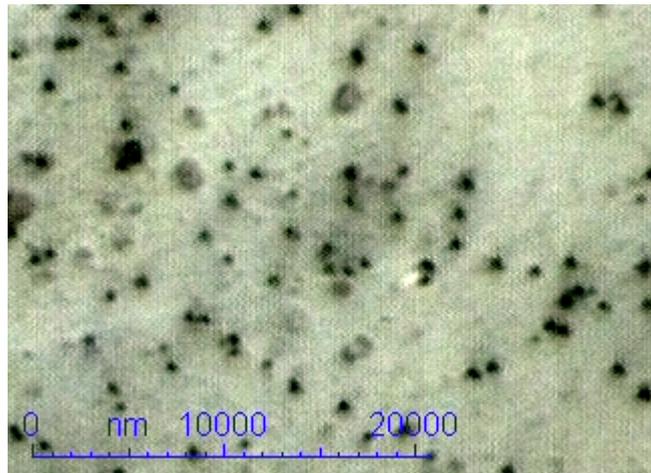


FIG. 3.34: Champ magnétique généré par un nanofil de cobalt, le long d'un axe parallèle au nanofil et situé à 300 nm de celui-ci, soit la distance moyenne entre nanofils au sein d'échantillons typiques destinés aux dispositifs non-réciproques.



(a) Microscopie d'un échantillon typique

(b) Répartition aléatoire générée par ordinateur



(c) Microscopie d'un échantillon faible densité utilisé en MRFM

FIG. 3.35: (a) Microscopie d'un échantillon comportant $1,25 \times 10^9$ pores \cdot cm $^{-2}$ de 100 nm de diamètre publiée par l'équipe POLY de l'UCL[36], comparable à une répartition aléatoire (b), et (c) microscopie de l'échantillon faible densité qui a été ensuite étudié en MRFM au CEA-SPEC (image Thales TRT).

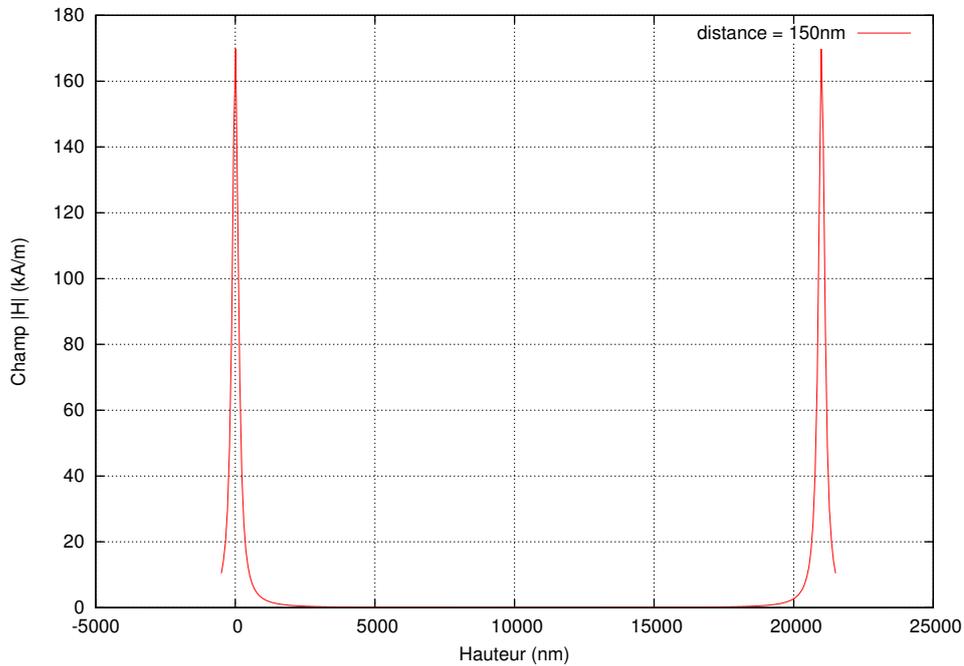


FIG. 3.36: Champ magnétique généré par un nanofil de nickel de 300 nm de diamètre, le long d'un axe parallèle au nanofil et tangent à celui-ci.

Pour un nanofil de nickel de 300 nm de diamètre, tel que ceux mesurés, le champ généré à 150 nm et à 300 nm du coeur du nanofil nous intéressent : dans le cas de nanofils tangents, le champ généré par le premier fil est perçu par le second aux points de tangence à 150 nm du coeur du premier, et le champ généré au coeur du second par le premier est celui perçu à 300 nm du coeur.

le champ généré à 150 nm du coeur du nanofil atteint 160 kA/m (soit 2000 Oe environ), ce qui est du même ordre de grandeur que les pertes magnétiques observées sur des échantillons macroscopiques. Par les mêmes calculs, le champ atteint 40 kA/m (soit 500 Oe) à 300 nm du coeur.

Afin de vérifier l'influence du champ dipolaire dans le cas de nanofils tangents, une simulation micromagnétique *Oommf* comportant deux nanofils de nickel voisins (de diamètre 50 nm) a été réalisée, et comparée à la même simulation déjà réalisée sur un nanofil de nickel unique.

La réduction du champ coercitif est de l'ordre de 100 mT, soit un champ magnétique de 80 kA/m (le calcul d'après le modèle analytique précédent appliqué au cas simulé dans *Oommf* donne un champ de 40 kA/m généré par un nanofil sur son voisin, à chaque extrémité du fil). Le champ coercitif obtenu par la simulation de deux nanofils de nickel de 50 nm de diamètre

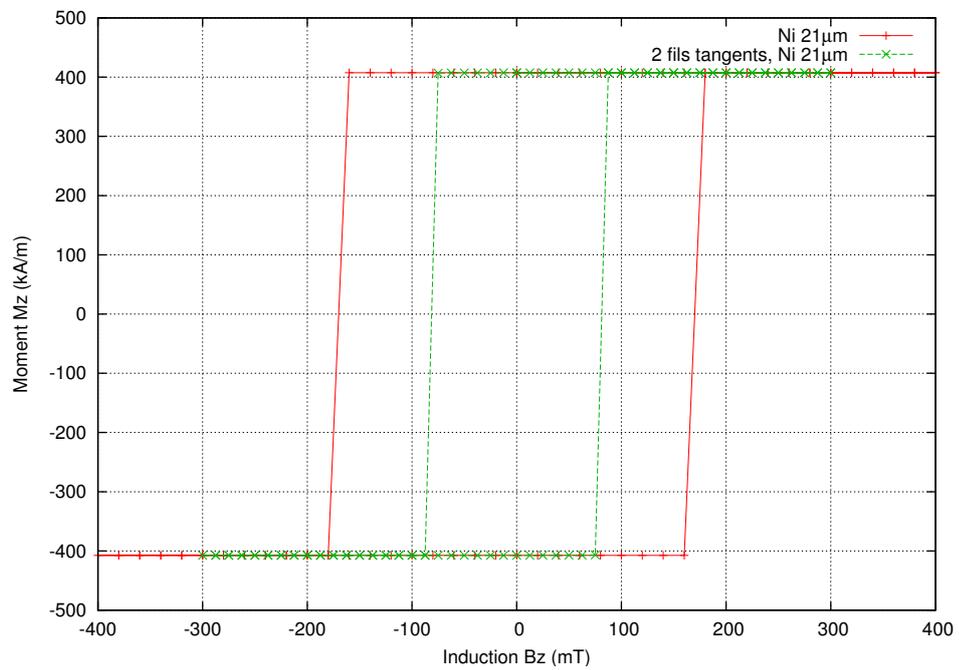


FIG. 3.37: Réduction du champ coercitif due au champ dipolaire : cas de deux nanofils tangents comparé au cas d'un nanofil unique (représentant deux nanofils éloignés, sans interaction significative), simulation à l'aide du logiciel *Oommf*.

tangents est de l'ordre de 80 mT soit un champ magnétique de 64 kA/m (ou 0,8 kOe), ce qui est plus proche des mesures AGFM (tableau 3.6, section 3.2.2.2) donnant un champ coercitif de 80 kA/m (soit 1 kOe, figure 3.15) que des simulations *Oomf* sur nanofil unique. Alors que l'estimation de H_c est complexe, l'utilisation de *Oomf* permet de tenir compte des énergies de déplacements de parois, la simulation de deux nanofils voisins permet alors d'obtenir un accord quantitatif entre le champ coercitif théorique et les valeurs mesurées.

Ces résultats permettent de conclure que le champ coercitif et les pertes magnétiques d'un échantillon macroscopique sont déterminés par l'interaction entre nanofils tangents au sein de la membrane : l'étude d'un système à deux nanofils tangents suffit pour obtenir une bonne approximation quantitative des pertes et du champ coercitif d'un échantillon macroscopique. La présence de nanofils tangents modifie significativement la réponse magnétique statique et dynamique des membranes chargées de nanofils, en augmentant les pertes magnétiques ΔH et en abaissant le champ coercitif, deux effets défavorables quant à la réalisation d'un dispositif non-réciproque à nanofils sans polarisation externe. Garantir une distance minimale entre nanofils permettrait donc d'obtenir des membranes présentant un plus fort champ coercitif et des pertes magnétiques ΔH moindres, ce qui autoriserait des fréquences de travail plus proches de la fréquence de résonance ferromagnétique et donc des valeurs plus élevées et donc plus favorables de $\frac{\kappa}{\mu}$.

3.2.3.6 Synthèse sur le champ dipolaire entre nanofils et ses effets macroscopiques

La présence de nanofils tangents peut générer des champs dipolaires importants, du même ordre de grandeur que la largeur de raie ΔH observée sur des échantillons macroscopiques. Ces champs dipolaires réduisent le champ coercitif. La fréquence de résonance du mode uniforme peut varier en fonction du champ vu par le nanofil, et par ailleurs, le gradient de champ (principalement selon l'altitude) peut favoriser l'excitation des modes magnétostatiques non uniformes qui prélèvent une partie de la puissance. La présence de nanofils tangents ou quasi-tangents contribue ainsi significativement à l'importance des pertes magnétiques mesurées, et peut expliquer à elle seule l'élargissement du pic d'absorption. D'autres facteurs peuvent également jouer un rôle, tels la dispersion sur les pertes intrinsèques d'un nanofil, ou les modes magnétostatiques non uniformes excités dans un nanofil isolé, mais ils peuvent difficilement expliquer à eux seuls l'amplitude de l'élargissement relevé.

L'obtention de nanofils séparés les uns des autres par une distance minimale garantie pourrait permettre la réalisation de matériaux dont les pertes magnétiques seraient significativement réduites par rapport aux membranes de polymères chargées de nanofils répartis aléatoirement. Cependant la technologie employée actuellement pour la réalisation des membranes nanoporeuses de polymère ne permet pas de garantir une distance minimale entre nanofils voisins.

3.2.4 Conclusion sur les propriétés magnétiques

L'étude des propriétés statiques (champ coercitif, moment à la rémanence, allure du cycle d'hystérésis) nous a conduit à envisager d'autres matériaux que le cobalt anisotrope (utilisé dans [89]) pour remplir les membranes nanoporeuses : le nickel et le Permalloy, ceci afin de garantir la reproductibilité nécessaire à la conception de dispositifs non-réciproques, au prix d'une réduction du moment magnétique M_S .

Nous avons montré que les pertes magnétiques des membranes de nanofils sont mesurables avec les mêmes dispositifs qui caractérisent les ferrites, ou par des dispositifs dédiés aux faibles volumes magnétiques : les résultats sont similaires quelle que soit la méthode, et indiquent des largeurs de raies ΔH supérieures de deux ordres de grandeurs aux valeurs relevées pour des ferrites. L'amplitude des signaux mesurés sur les membranes de nanofils est significativement plus faible que celle des signaux mesurés sur des ferrites.

L'observation d'un nanofil unique permet de résoudre le spectre d'absorption et met en évidence des pics fins. Nous avons montré que l'élargissement de la raie entre nanofil unique et collection de nanofils s'explique par les interactions dipolaires entre nanofils tangents : la simulation de deux nanofils tangents nous permet alors de prédire le champ coercitif des membranes chargées à l'aide du logiciel micromagnétique *Oommf*, et la valeur théorique du champ dipolaire entre deux nanofils tangents permet de retrouver l'ordre de grandeur des pertes ΔH globales mesurées.

Nous proposons alors de garantir une distance minimale entre nanofils afin de réduire significativement la largeur de raie ΔH , mais la technologie employée actuellement ne permet pas de contrôler la répartition individuelle des nanofils. D'autres technologies permettant un tel contrôle sont envisagées au chapitre 5.

3.3 Propriétés liées aux plans conducteurs

Afin de remplir les nanopores des membranes par électrodéposition, un plan conducteur doit être déposé sur la membrane.

Le plan ainsi déposé peut être retravaillé, voire supprimé ou dupliqué sur l'autre face.

Dans cette section, nous montrerons l'influence de la qualité et de l'épaisseur de ces plans conducteurs sur les propriétés des dispositifs à membranes de nanofils. Nous proposons enfin une solution permettant de réduire les pertes d'insertion liées à ces plans conducteurs.

3.3.1 Influence des conducteurs

Les conducteurs jouent un rôle essentiel en courant continu et à basse fréquence, ou plus généralement lorsque la taille d'un dispositif est petite devant la longueur d'onde. Ainsi, la résistivité des conducteurs est à l'origine de la quasi-totalité de la dissipation dans les circuits basse fréquence. A très haute fréquence, dans le domaine térahertz ou optique, dans des dispositifs dont la taille est grande devant la longueur d'onde, c'est le milieu de propagation qui est essentiel, et l'on peut même se passer complètement de conducteurs. Ainsi dans une fibre optique, l'onde électromagnétique est guidée par les frontières entre diélectriques de permittivités différentes, ou sa trajectoire est modifiée lorsqu'elle se propage dans une direction selon laquelle l'indice varie, sans qu'aucun conducteur ne soit requis. Il est alors possible d'obtenir de très faibles pertes.

Dans le domaine des hyperfréquences, et plus généralement lorsque la taille du dispositif devient commensurable à la longueur d'onde, on peut dans certains cas se passer de conducteur si l'on dispose d'un diélectrique à très forte permittivité [56]. Dans tous autres cas, les conducteurs comme les diélectriques jouent un rôle important, leurs influences respectives dépendent du dispositif. L'onde électromagnétique en hyperfréquence se propage généralement au sein d'un diélectrique borné par des conducteurs. Dans le cas du guide d'onde, le conducteur borne toutes les frontières du diélectrique, tandis qu'en architecture microruban ou triplaque, seules les plus grandes dimensions sont bornées, et les épaisseurs sont faibles. L'onde hyperfréquence ne s'annule pas exactement à la frontière du métal : à une distance d à l'intérieur du métal, son amplitude vaut $e^{-d/\delta_{\text{peau}}}$ fois son amplitude à la frontière du métal, où δ_{peau} est l'épaisseur de peau. L'épaisseur de métal rapportée à l'épaisseur de peau et les propriétés du métal peuvent donc influencer sur les performances des dispositifs. Si l'épaisseur de diélectrique n'est pas très grande

devant l'épaisseur de peau, une part non négligeable de l'énergie électromagnétique interagit avec le conducteur.

Pour de faibles épaisseurs de diélectriques, la qualité (qui influe sur la résistivité) et l'épaisseur (rapportée à l'épaisseur de peau) des conducteurs sont des paramètres clés [51].

3.3.2 Mesure sur des conducteurs déposés sur les membranes

Le facteur de qualité d'un résonateur diélectrique placé entre deux plans conducteurs dépend de la qualité de ces conducteurs.

Afin d'estimer la qualité de l'or déposé sur les membranes et l'influence de l'épaisseur d'or aux fréquences de travail (bande X), nous avons mesuré le coefficient de qualité d'un résonateur diélectrique placé par dessus une membrane possédant un plan d'or. Le dispositif de mesure est décrit par la figure 3.38.

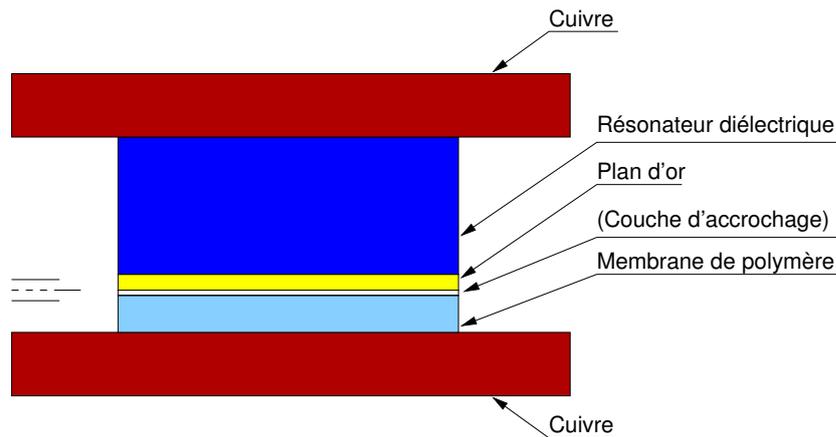


FIG. 3.38: Mesure d'un résonateur diélectrique en mode TE_{011} perturbé par une membrane de polymère recouverte d'un plan d'or. La couche d'accrochage est absente lorsque l'or a été déposé dans le bâti PUMA.

Les résultats sont représentés figure 3.39. Un fort facteur de qualité est recherché : les pertes d'insertion d'un dispositif utilisant les mêmes plans conducteurs sont plus faibles lorsque le facteur de qualité est plus élevé. Le facteur de qualité mesuré est fortement dégradé lorsque l'épaisseur d'or diminue, ce qui confirme la pertinence de préparer un plan d'or épais pour les dispositifs. Cependant, l'épaisseur de membrane est faible, et le dépôt d'une couche d'or épaisse provoque l'auto-enroulement de la membrane, ce qui rend très délicate la manipulation et la réalisation de dispositif sans couche d'air indésirable.

À épaisseur égale, l'or déposé par pulvérisation cathodique à TRT dans le bâti PUMA est sensiblement de meilleure qualité que celui déposé habituellement par évaporation pour préparer l'électrodéposition.

Plus généralement, l'or déposé par ce bâti est de meilleure qualité que l'or déposé par les autres moyens ou bâteaux connus (de TRT, et des partenaires du projet européen ACTS AC115 SUCOMS), mais aucune étude complète ne permet aujourd'hui d'expliquer les origines exactes de la qualité de l'or déposé.

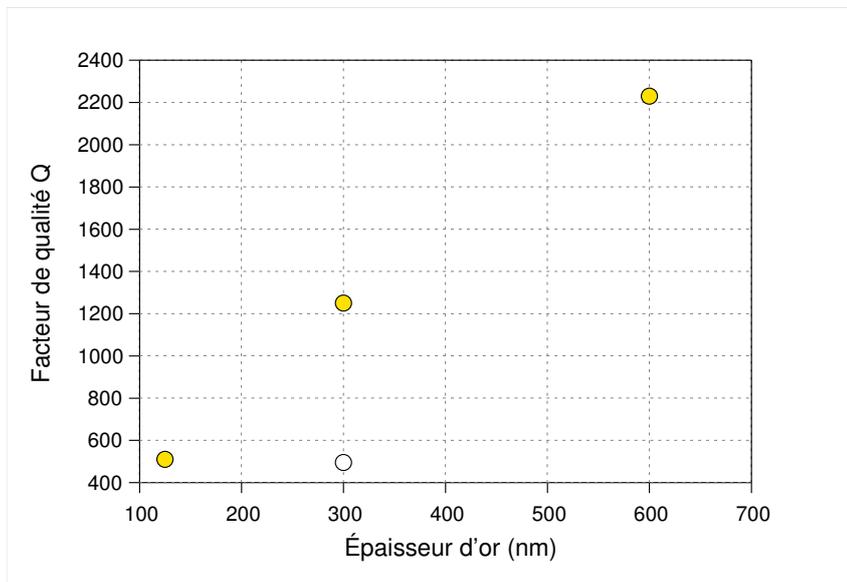


FIG. 3.39: Influence de l'épaisseur d'or et de la qualité du dépôt. Les cercles remplis indiquent l'or déposé à TRT par pulvérisation cathodique dans le bâti PUMA. Le cercle non rempli indique l'or déposé à UCL par évaporation avant l'électrodéposition, une couche de chrome sert alors de couche d'accrochage (d'épaisseur négligeable devant l'épaisseur d'or).

3.3.3 Estimation d'une résistivité efficace

Le plan d'or déposé sur les membranes chargées est inférieur à l'épaisseur de peau. Il est possible de calculer un dispositif intégrant ce plan d'or à l'aide d'un logiciel de simulation électromagnétique par éléments finis. Toutefois, la simulation directe d'un métal d'épaisseur inférieure à l'épaisseur de peau ($\delta_{\text{peau}} = 600$ nm pour l'or à 15 GHz) allonge considérablement le temps de calcul, il convient donc de contourner ce problème. La solution retenue consiste à définir une résistivité effective, qui tient compte de la résistivité propre au métal mais aussi de l'épaisseur réelle de métal rapportée à l'épais-

seur de peau. Le plan métallique mince peut alors être modélisé par un plan métallique épais devant l'épaisseur de peau mais de résistivité différente.

D'après [71], on a

$$Q \cdot \frac{\delta_{peau}}{\lambda} = Q_{geom}$$

où Q_{geom} ne dépend que de la géométrie. Rappelons que l'épaisseur de peau s'exprime classiquement sous la forme [66] :

$$\delta_{peau} = \sqrt{\frac{2\rho}{2\pi f \mu_r \mu_0}}$$

Pour une géométrie identique, à une fréquence donnée et pour un matériau non magnétique (l'or n'est pas magnétique), une variation du facteur de qualité correspond à une variation de la résistivité, telle que :

$$\rho_0 \cdot Q_0^2 = \rho_1 \cdot Q_1^2$$

Pour rendre compte d'une épaisseur d'or t_0 inférieure à l'épaisseur de peau, on compare le facteur de qualité obtenu pour une épaisseur t_1 grande devant l'épaisseur de peau et pour l'épaisseur t_0 . Afin d'obtenir Q_0 alors que l'on définit une épaisseur t_1 , on change ρ_0 par

$$\rho_1 = \left(\frac{Q_1}{Q_0}\right)^2 \quad (3.23)$$

Un rapport entre Q_1 et Q_0 de $\frac{2200}{600} \simeq 3,7$ indique que la résistivité de l'or doit donc être multipliée par 13,7 afin d'obtenir le facteur de qualité souhaité dans la simulation électromagnétique de dispositifs.

3.3.4 Estimation du facteur de qualité dû aux conducteurs dans un circulateur

Le facteur de qualité correspondant aux conducteurs est donné par la formule (1.80) issue de [71] :

$$Q_{conducteurs}^{-1} = \frac{\delta_{peau} \cdot \int_{Surfaces} h^2 ds}{2 \cdot \int_{Volume} h^2 dv}$$

pour des épaisseurs de conducteurs grandes devant l'épaisseur de peau, avec h le champ magnétique hyperfréquence.

Dans un circulateur microruban, la surface utile correspond à celle du disque résonant, le volume correspond à l'extrusion de cette surface par le vecteur épaisseur du diélectrique.

Les configurations microruban ou triplaque supposent que les champs ne varient pas lorsque l'altitude z varie. En notant t l'épaisseur de substrat, on peut donc exprimer l'intégrale sur le volume par le produit

$$\int_{Volume} h^2 dv = t \cdot \int_{Surface} h^2 ds$$

où t est l'épaisseur du substrat. L'intégrale des pertes par courant porte sur les deux surfaces de conducteurs, on suppose nulles les pertes par rayonnement :

$$\int_{Surfaces} h^2 ds = 2 \cdot \int_{Surface} h^2 ds$$

ce qui nous permet d'aboutir à

$$Q_{conducteurs} = \frac{t}{\delta_{peau}} \quad (3.24)$$

Dans le cas d'une membrane de 20 microns d'épaisseur en mode TM_{110} à 15 GHz, pour de l'or épais devant l'épaisseur de peau ($\delta_{peau} \simeq 600$ nm pour l'or à 15 GHz) :

$$Q_{conducteurs} \simeq 30 \quad (3.25)$$

Ainsi, parmi les contributions diélectriques (paragraphe 3.1.7), magnétiques (paragraphe 3.2.3.2 et formule 1.81, détails des calculs au chapitre 4), et conducteurs, ces derniers ont le plus faible facteur de qualité : les pertes conducteurs sont la première cause de perte sur les dispositifs circulaires. Si l'on utilise la résistivité modifiée, δ_{peau} doit être remplacée par $\delta_{peau} \cdot \sqrt{\frac{\rho_{modif}}{\rho_{or}}}$, le facteur de qualité obtenu pour une épaisseur d'or de 300 nm est encore plus faible :

$$Q_{or\ 300nm} \simeq 8 \quad (3.26)$$

d'après la valeur de résistivité effective obtenue plus haut.

3.3.5 Conclusion

Les conducteurs jouent un rôle majeur dans les circulaires en couche mince. Ils sont à l'origine de la majeure partie des pertes d'insertion des dispositifs dès que l'épaisseur devient trop faible, les pertes globales peuvent alors être réduites significativement par le choix de métaux de meilleure conductivité, épais devant l'épaisseur de peau, voire par l'utilisation de supraconducteurs, comme proposé dans [25, 26]. Une autre alternative consiste à diminuer la contribution des pertes conducteurs aux pertes d'insertion globales, par l'augmentation de l'épaisseur des dispositifs. Les membranes chargées de

nanofils sont toutefois limitées en épaisseur à 21 microns, et l'état actuel de la technologie ne permet pas d'envisager à moyen terme des épaisseurs de membranes chargées supérieures à 50 microns. L'augmentation de l'épaisseur du dispositif peut toutefois être obtenue sans nécessiter des membranes chargées plus épaisses, comme il sera détaillé au paragraphe 4.3.1.1.

3.4 Conclusions sur les méthodes de caractérisation des membranes de nanofils magnétiques

Nous avons étudié les méthodes de mesures des propriétés des membranes chargées de nanofils magnétiques. Cela nous a permis d'appliquer la méthode la plus adéquate à la mesure des membranes. Les fréquences d'étude sont comprises entre 0 et 40 GHz.

Deux méthodes complémentaires de mesure des paramètres diélectriques des membranes ont été ainsi sélectionnées. Nous avons déterminé ϵ' sur des membranes chargées par mesure d'impédance : la valeur mesurée $\epsilon' = 5,2$ (3.12) ne varie pas avec la fréquence (figure 3.4). Nous avons montré par des mesures en cavités résonantes que le polycarbonate présente de plus faibles pertes diélectriques ($\tan \delta = 0,005$) que le polyimide, et que ses caractéristiques diélectriques ne varient pas significativement avec la fréquence, ni au cours du processus de fabrication des membranes de nanofils (figure 3.11).

Les propriétés magnétiques statiques des membranes (3.2.2) ont été simulées et mesurées. Nous avons envisagé la réalisation d'une membrane à nanofils composites cobalt/nickel/cobalt : le cycle d'hystérésis correspondant à un tel nanofil a été simulé et comparé aux cycles d'un nanofil de nickel, et d'un nanofil de cobalt. La solution composite permet d'accroître le champ coercitif par rapport au nickel, et autorise un plus large choix de la fréquence de résonance ferromagnétique.

Nous avons comparé les résultats de mesure des propriétés magnétiques dynamiques obtenus par différentes méthodes. Les méthodes de mesure utilisées classiquement pour caractériser des matériaux ferrites donnent des résultats directement comparables à ceux obtenus par une méthode de caractérisation utilisée classiquement sur des couches minces (3.2.3.2). Il est donc possible d'effectuer la mesure par cette dernière méthode, et d'utiliser directement le résultat obtenu dans les outils de conception des circulateurs à ferrite. L'amplitude du signal obtenu sur les membranes chargées de nanofil est toutefois significativement plus faible que celle observée sur des ferrites, alors qu'un effet magnétique $\frac{\kappa}{\mu}$ fort est souhaité : il ne suffira pas de remplacer

un volume de ferrite par un volume comparable de membrane pour obtenir un dispositif non-réciproque efficace.

Nous avons montré comment les pertes magnétiques d'un nanofil unique et la dispersion sur le champ dipolaire expliquent l'importance des pertes magnétiques globales comparées à celles d'un nanofil unique : la garantie d'une distance minimale entre nanofils doit alors être recherchée afin de réduire ces pertes magnétiques globales (3.2.3.5). Le champ coercitif serait alors plus fort qu'en présence de nanofils tangents.

Enfin, nous avons vérifié l'importance de l'épaisseur des plans conducteurs et de l'épaisseur de la membrane sur le facteur de qualité correspondant aux plans conducteurs (3.3). Des épaisseurs de métal inférieures à l'épaisseur de peau doivent être proscrites. Le facteur de qualité est alors proportionnel à l'épaisseur du diélectrique : pour des épaisseurs de diélectriques égales à l'épaisseur des membranes utilisées (21 microns), les pertes conducteurs constituent le principal facteur de pertes d'insertion d'un dispositif non-réciproque à membranes de nanofils.

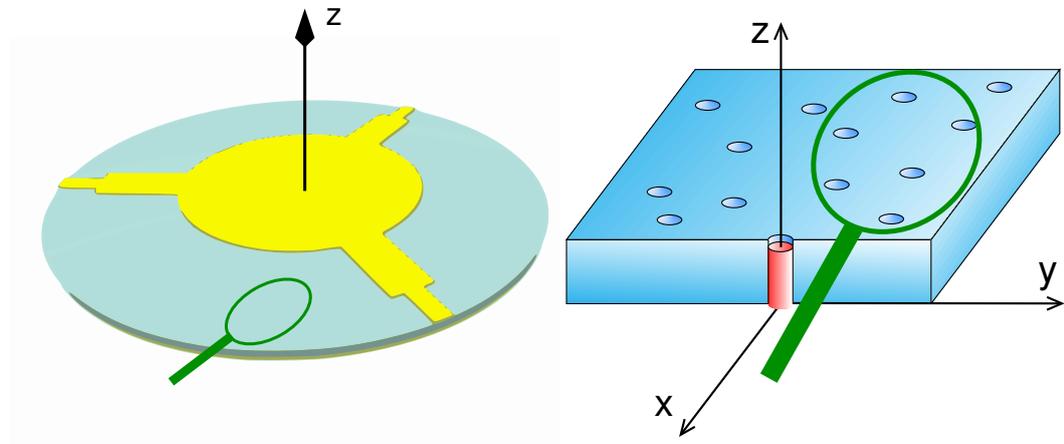
Ces travaux ont précisé l'interprétation des résultats de la littérature. Ils ont permis de déterminer les valeurs des paramètres intrinsèques des matériaux, de comprendre l'origine des pertes magnétiques et de la différence de champ coercitif entre simulation d'un fil unique et mesures. Des solutions ont alors été proposées pour réduire les pertes magnétiques, augmenter le champ coercitif, mais aussi pour choisir plus librement la fréquence de résonance ferromagnétique tout en conservant un fort champ coercitif. L'influence des plans conducteurs a été mise en évidence : à travers l'analyse des méthodes de mesures diélectriques sur ligne d'une part, lors de l'évaluation du facteur de qualité lié aux pertes dans les plans conducteurs d'autre part.

Nous disposons donc désormais de méthodes de caractérisation adaptées aux membranes chargées de nanofils en vue de leur intégration dans des dispositifs non-réciproques, des valeurs typiques mesurées sur ces membranes, et de pistes pour améliorer les caractéristiques de ces matériaux. Nous allons maintenant nous intéresser à l'intégration de ces membranes aux dispositifs non-réciproques.

Chapitre 4

Application des membranes de nanofils aux dispositifs non-réciproques

Dans ce chapitre, la connaissance des paramètres des matériaux mesurés au chapitre 3 nous permet de concevoir et d'optimiser de nouveaux dispositifs non-réciproques à membranes chargées de nanofils. Les outils disponibles concernant les dispositifs non-réciproques ne pouvant traiter directement des matériaux composites constitués de plusieurs millions de nanofils, nous proposons tout d'abord un modèle de matériau ferrite effectif, dont le comportement est équivalent à celui d'une membrane chargée de nanofils : il est alors possible de calculer analytiquement et numériquement le comportement de dispositifs intégrant de telles membranes avec les outils classiques de calcul des ferrites. Nous précisons les relations entre les propriétés des matériaux, la géométrie et les caractéristiques des circulateurs. Nous identifions les facteurs limitant les performances des dispositifs non-réciproques à membranes chargées de nanofils métalliques magnétiques (figure 4.1), et proposons de nouvelles géométries pour réduire leurs pertes d'insertion. Nous calculons à l'aide d'un logiciel de simulation par éléments finis le comportement de dispositifs existant ou envisagés. Enfin, nous complétons les simulations par des mesures sur dispositifs.



(a) Dessin typique d'un circulateur à jonction-Y.

(b) Schéma d'une membrane chargée de nanofils

FIG. 4.1: Circulateur à jonction Y dont le diélectrique est constitué d'une membrane chargée de nanofils métalliques magnétiques orientés.

4.1 Matériau équivalent et tenseur effectif des membranes chargées de nanofils métalliques magnétiques

La définition d'un matériau ferrite équivalent à une membrane chargée de nanofils à partir des caractéristiques de la membrane est détaillée ci-dessous. La pertinence de ce modèle est validée par l'accord entre simulation et résultats expérimentaux, comme nous l'avons publié dans [5] et comme il est détaillé au paragraphe 4.4.1.

4.1.1 Caractéristiques des membranes chargées et paramètres d'un matériau ferrite

Les membranes chargées de nanofils sont caractérisées par :

- leur épaisseur,
- la nature du polymère,
- la constante et les pertes diélectriques ϵ' et $\tan \delta$ du polymère,
- le moment magnétique à saturation du métal M_S ,
- le facteur de Landé du métal g ,
- les pertes magnétiques de la collection de nanofils ΔH ,

- la hauteur de remplissage des fils dans la membrane,
- la porosité (volume de métal rapporté au volume total de la membrane chargée) P .

Les nanofils sont supposés être orientés perpendiculairement au plan de la membrane, de forme cylindrique avec un facteur de forme $\frac{\text{hauteur}}{\text{diamètre}}$ supérieur à 200 (figure 4.1). Les facteurs démagnétisants sont alors $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$ selon les axes $(\vec{x}, \vec{y}, \vec{z})$ où \vec{z} est parallèle à l'axe des nanofils (tableau 1.1).

Le matériau ferrite équivalent a la même forme macroscopique que la membrane, il est déterminé par une constante et des pertes diélectriques, des pertes magnétiques, un moment à saturation, un facteur de Landé, un champ de polarisation interne H_i . La membrane étant plate, le matériau ferrite homogène équivalent aura pour facteurs démagnétisants $(0, 0, 1)$ (tableau 1.1).

4.1.2 Hypothèses

4.1.2.1 Permittivité diélectrique

Le tenseur de permittivité diélectrique est supposé diagonal. Dans le cas des architectures triplaques et microruban, le champ électrique dans le substrat est principalement perpendiculaire à la surface. Pour une membrane chargée de nanofils, le champ électrique est donc orienté selon l'axe des nanofils. De fait, seule la composante ϵ_z du tenseur de permittivité est supposée contribuer aux propriétés du dispositif.

4.1.2.2 Saturation

Pour de faibles porosités ($P < 0,05$, les résultats expérimentaux [47, 48] donnant un moment à la rémanence quasi égal au moment à saturation $M_R = 0,96 \cdot M_S$, les matériaux sont donc supposés saturés :

$$M_R = M_S$$

4.1.2.3 Facteur de Landé

Le facteur de Landé est supposé égal à 2, en accord avec les résultats expérimentaux sur les nanofils ($\pm 10\%$) [29, 44].

4.1.2.4 Moment magnétique

Le moment magnétique est proportionnel au nombre d'atomes magnétiques par unité de volume, le moment magnétique du matériau équivalent

sera donc

$$M_S^{\text{effectif}} = P \cdot M_S \quad (4.1)$$

où P est le volume de métal rapporté au volume total du matériau.

4.1.2.5 Fréquence de résonance ferromagnétique

La fréquence de résonance à champ nul est donnée par (2.4) :

$$\frac{\omega_{FMR}}{\mu_0\gamma} = \frac{1}{2} \cdot M_S (1 - 3P) + H_U$$

où H_U est le champ d'anisotropie.

En présence d'un champ de polarisation H_a appliqué perpendiculairement à la membrane, on a alors :

$$\frac{\omega_{FMR}}{\mu_0\gamma} = H_a + \frac{1}{2} \cdot M_S (1 - 3P) + H_U \quad (4.2)$$

4.1.2.6 Champ interne

Les nanofils sont supposés identiques et les interactions entre fils ne sont visibles qu'à très courte distance (la figure 3.34 montre un champ faible à 300 nm d'un nanofil) : à l'échelle macroscopique la magnétisation de la membrane est homogène, ce qui donne un champ interne H_i uniforme, contrairement au cas des couches minces d'hexaferrites pour lesquelles H_i peut être significativement non-uniforme [46]. Le matériau équivalent ayant la forme d'un disque plat, la fréquence de résonance impose le choix du champ interne équivalent H_i (tableau 1.1) [57] :

$$H_i^{\text{effectif}} = \frac{\omega_{FMR}}{\gamma\mu_0} \quad (4.3)$$

4.1.3 Tenseur de perméabilité effectif

Dans les membranes chargées de nanofils, pour de faibles porosités ($P < 0.05$), les considérations précédentes nous conduisent à proposer un tenseur de perméabilité effectif défini en polarisation circulaire par :

$$\mu_{\pm} = 1 + \frac{\omega'_M}{(\omega_{FMR} + j/T) \mp \omega} \quad (4.4)$$

où

– ω_{FMR} est définie par (4.2).

- $1/T = \gamma\mu_0 \frac{\Delta H_{global}}{2}$.
- ω'_M représente la densité de magnétons de Bohr dans la membrane, soit le produit la densité de magnétons de Bohr dans le métal par la densité de métal dans la membrane : $\omega'_M = \gamma\mu_0 P \cdot M_S$ d'après (4.1).
- ω correspond à la fréquence du champ h hyperfréquence dans le plan de la membrane.

Ce tenseur est utilisé pour calculer le paramètre $\frac{\kappa}{\mu}$ permettant la brisure de symétrie dans les circulateurs, et pour évaluer la contribution des pertes magnétiques aux pertes d'insertion. Il est également appliqué dans les simulations numériques. Dans le cas de faibles porosités le modèle simple que nous présentons ici permet d'obtenir directement un équivalent ferrite, mais d'autres modèles de tenseur effectif plus généraux peuvent également être calculés [85]. La faible porosité étant requise pour conserver un fort moment à la rémanence, l'utilisation de ces modèles généraux n'est ici pas nécessaire.

4.2 Performances des circulateurs à membranes de nanofils

4.2.1 Complément sur la théorie de circulateurs

La plupart des articles expliquant le fonctionnement des circulateurs présentent le cas de circulateurs correctement dimensionnés, or malgré les connaissances acquises depuis près d'un demi siècle, l'ajustement des différents paramètres reste en grande partie empirique. Nous proposons de représenter les relations clés du fonctionnement d'un circulateur sous la forme d'un diagramme, afin d'avoir une vue d'ensemble des interactions entre les principaux paramètres.

4.2.1.1 Rappels des formules principales

Trois principales formules introduites en 1.4.1.2 sont rappelées, elles permettent de construire le diagramme évoqué ci-dessus.

Les quantités Q_L^{-1} , Q_0^{-1} et Q_e^{-1} sont reliées par la relation (1.75) :

$$Q_L^{-1} = Q_0^{-1} + Q_e^{-1}$$

Les pertes d'insertion sont données par la relation (1.77) :

$$IL = 10 \cdot \log \left(\frac{1}{\left(1 + \frac{Q_0^{-1}}{Q_e^{-1}}\right)^2} \right)$$

soit

$$\frac{Q_0^{-1}}{Q_e^{-1}} = \sqrt{\frac{1}{10 \frac{L}{l_0}}} - 1$$

Enfin, comme expliqué dans les fondements (formule 1.74), afin d'obtenir l'isolation d'un port, le facteur de qualité et l'effet magnétique doivent vérifier la formule donnée par Fay et Comstock [33] pour un circulateur à 3 ports équirépartis :

$$Q_L^{-1} = \frac{1}{\tan \frac{\pi}{6}} \cdot \frac{\Delta f}{f} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\Delta f}{f}$$

4.2.1.2 Diagramme de fonctionnement d'un circulateur

Les relations (1.75) et (1.74) conduisent à choisir des couplages adaptés aux pertes par dissipation intrinsèques aux matériaux. La relation entre pertes par dissipation Q_0^{-1} et couplages Q_e^{-1} est représentée par une droite orientée à -45° en vert sur la figure 4.2. Cette droite est d'autant plus éloignée de l'origine que l'écart de fréquence entre les deux modes principaux du circulateur est important. Pour des pertes par dissipation données (pointillés sur la même figure), il existe donc un point de fonctionnement optimal. L'angle entre l'axe des ordonnées et le segment OP est d'autant plus grand que les pertes d'insertion sont fortes, d'après la formule (1.77).

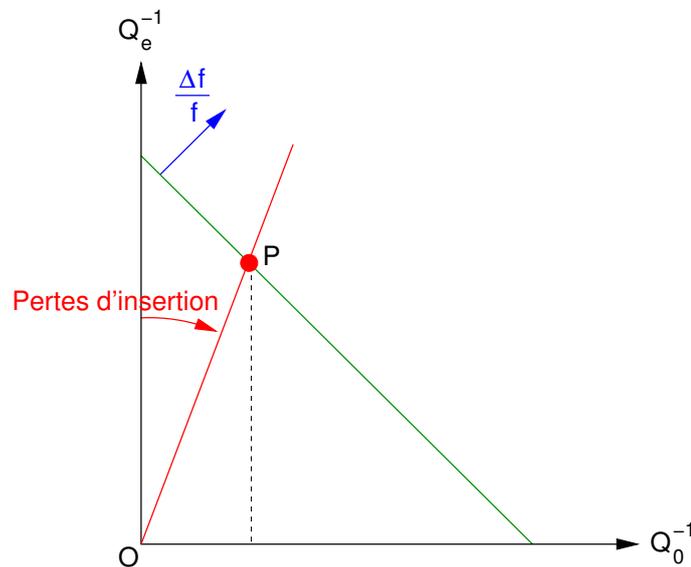


FIG. 4.2: Diagramme de fonctionnement d'un circulateur.

Ce diagramme permet d'illustrer les points suivants :

- Pour des pertes par dissipation fixées (P est sur la droite en pointillés), le seul moyen de réduire les pertes d'insertion (augmenter l'ordonnée de P) est d'augmenter l'écart en fréquence entre les modes de résonance du circulateur (décalage de la droite verte vers le haut).
- Si deux dispositifs dont les couplages peuvent être librement choisis ne diffèrent que par leurs pertes par dissipation, celui présentant le moins de pertes par dissipation présentera le moins de pertes d'insertion.
- L'absence de pertes par dissipation sur un dispositif dont le couplage est librement choisi ne pose aucun problème (pertes d'insertion nulles).
- Des pertes par dissipation trop importantes par rapport à l'écart de fréquence entre les modes de résonance d'un circulateur sont rédhibitoires (aucun couplage ne pourra à la fois vérifier la condition de circulation 1.74 et conserver des pertes d'insertion tolérables).

Ces déductions simples permettent de comprendre le problème posé par des pertes dissipatives fortes Q_0^{-1} dans des matériaux dont le moment magnétique global responsable de la levée de dégénérescence des modes $\frac{\Delta f}{f}$ est faible.

4.2.2 Brisure de symétrie dans des circulateurs à membrane de nanofils

Comme détaillé en (1.4.1.2), la brisure de symétrie résulte de la levée de dégénérescence de deux modes contrarotatifs : l'effet est d'autant plus fort que la différence des fréquences de résonance de ces deux modes rapportée à la fréquence initiale est forte. L'effet non-réciproque est donc directement lié à

$$\left| \frac{f_{+n} - f_{-n}}{f} \right|$$

comme l'illustre le diagramme : cette quantité doit être la plus forte possible. Pour le premier mode de circulation, et pour de faibles valeurs de $\frac{\kappa}{\mu}$ (1.68) [13] :

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{2n}{(k_{n,j} \cdot R)^2 - n^2} \cdot \frac{\kappa}{\mu}$$

Un fort $\frac{\kappa}{\mu}$ est donc recherché.

D'après l'expression du tenseur effectif (4.4), κ/μ est donné par :

$$\frac{\kappa}{\mu} = \frac{\omega \omega'_M}{\omega_{FMR}^2 - \omega^2 + \omega_{FMR} \cdot \omega'_M - \frac{1}{T^2} + \frac{j}{T} (2 \cdot \omega_{FMR} + \omega'_M)} \quad (4.5)$$

où $\omega'_M = \gamma\mu_0 P \cdot M_S$ et $\frac{2}{T} = \gamma\mu_0 \Delta H$. Pour de faibles porosités, ω'_M est petit devant ω_{FMR} , on peut alors réduire $\frac{\kappa}{\mu}$ à

$$\frac{\kappa}{\mu} = \frac{\omega\omega'_M}{\omega_{FMR}^2 - \omega^2 - \frac{1}{T^2} + \frac{j}{T} (2 \cdot \omega_{FMR})} \quad (4.6)$$

ce qui indique qu'il faut rechercher un ω'_M fort, soit une forte porosité P et un fort moment à saturation, afin d'obtenir un fort $\frac{\kappa}{\mu}$. La porosité doit rester faible pour garantir les hypothèses de (4.4) et permettre un moment à la rémanence proche du moment à saturation [31] : un fort moment à saturation est donc souhaité.

Pour le premier mode de circulation à 15 GHz du circulateur à nanofils de cobalt présenté dans [89], et avec $\Delta H = 127$ kA/m (soit 1600 Oe), correspondant à des mesures sur des membranes de porosité 0,03 avec des nanofils de cobalt de 29 nm de diamètre déposés sous un pH de 6,6 [23], on a alors :

$$\frac{\kappa}{\mu} \approx 0,025 \quad (4.7)$$

et à 20 GHz sur un dispositif comparable :

$$\frac{\kappa}{\mu} \approx 0,045$$

Pour une fréquence de résonance ferromagnétique à 32 GHz et des pertes magnétiques de l'ordre de $\Delta H = 127$ kA/m (soit 1600 Oe), il est possible de calculer une bonne approximation de $\frac{\kappa}{\mu}$ pour des fréquences inférieures à 26 GHz par :

$$\frac{\kappa}{\mu} = \frac{\omega\omega'_M}{\omega_{FMR}^2 - \omega^2} \quad (4.8)$$

Plus généralement, si l'on travaille assez loin de la fréquence de résonance ferromagnétique par rapport à la largeur de raie ΔH , l'approximation (4.8) peut être utilisée. Lorsque ω se rapproche de ω_{FMR} , $\frac{\kappa}{\mu}$ augmente. Il s'agit alors de trouver un compromis entre fort $\frac{\kappa}{\mu}$ et faibles pertes magnétiques, car tous deux augmentent lorsque ω se rapproche de ω_{FMR} (figure 1.3).

Ces calculs indiquent qu'il est souhaitable d'avoir un fort moment à saturation et de travailler près de la résonance afin d'obtenir un fort $\frac{\kappa}{\mu}$.

4.2.3 Pertes d'insertion des membranes chargées de nanofils

Une grande densité de pores au sein des membrane permet d'augmenter le moment magnétique global, mais les fortes densités ne permettent pas de

conserver un fort moment à la rémanence [31]. Une fois le choix du métal fixé, la réduction des pertes d'insertion nécessite alors une réduction des pertes par dissipation Q_0^{-1} suivie d'un ajustement des couplages, comme l'illustre le diagramme 4.2.

Les pertes par dissipation rencontrées dans les membranes chargées de nanofils sont nettement plus importantes que dans les ferrites. Le tableau 4.1, synthèse de l'état de l'art et des résultats obtenus dans cette thèse, donne un aperçu des différences.

	YIG	Membrane vide	Métal (cylindre)	Membrane chargée
ΔH	10 Oe	-	155 Oe à 37 GHz	1000 Oe
$\tan \delta$	2×10^{-4}	5×10^{-3}	-	5×10^{-3}
ϵ'	15	2,8	-	5, mais peut varier fortement
Épaisseur	500 microns	-	-	22 microns maximum
Source	[105]	Chapitre 3	[12]	Chapitre 3

TAB. 4.1: Caractéristiques comparées des membranes chargées de nanofils et d'un ferrite de YIG (ordres de grandeur). ϵ' varie fortement en fonction de la hauteur de remplissage et de la densité des membranes chargées.

Les pertes intrinsèques sont données par la relation (1.78) [71] :

$$Q_0^{-1} = \frac{1 \text{ énergie dissipée par cycle}}{2\pi \text{ énergie stockée}}$$

Dans le cas d'un circulateur à jonction triplaque ou microruban, la relation (1.79) permet de calculer Q_0^{-1} :

$$Q_0^{-1} = Q_{\Delta H_{eff}}^{-1} + Q_{\tan \delta}^{-1} + Q_{conducteurs}^{-1}$$

avec

$$\begin{aligned} Q_{\Delta H_{eff}}^{-1} &= \frac{\mu''_{eff}}{\mu'_{eff}} \\ Q_{\tan \delta}^{-1} &= \tan \delta \\ Q_{conducteurs}^{-1} &= \frac{\delta_{peau} \cdot \int_{Surfaces} h^2 ds}{2 \int_{Volume} h^2 dv} \end{aligned}$$

où

$$\mu_{eff} = \frac{\mu^2 - \kappa^2}{\mu}$$

La dernière relation est valable pour des épaisseurs de conducteurs grandes devant l'épaisseur de peau. En mode TM_{x10} , le champ magnétique ne varie pas avec l'épaisseur. En considérant comme surfaces le plan métallique supérieur et le plan métallique inférieur, nous obtenons la relation (3.24) :

$$Q_{conducteurs}^{-1} = \delta_{peau} \cdot \frac{1}{\text{épaisseur}_{\text{diélectrique}}}$$

Lorsque l'épaisseur de métal est du même ordre de grandeur que l'épaisseur de peau δ_{peau} , cette dernière doit être remplacée par δ_{eff} dont une bonne approximation est donnée par [52, 66] :

$$\delta_{eff} = \delta_{peau} \cdot \coth \left(\frac{\text{épaisseur}_{\text{métal}}}{\delta_{peau}} \right)$$

D'après [33, 102] on a (1.81) :

$$Q_{\Delta H} = \frac{(p\sigma + \sigma^2 - 1) [(p + \sigma)^2 - 1] + \alpha^2 (2\sigma^2 + 3\sigma p + p^2 + 2)}{\alpha p [(p + \sigma)^2 + 1]}$$

où $\alpha = \gamma\mu_0 \frac{\Delta H}{2\omega}$, $p = \frac{\gamma\mu_0 M_0}{\omega}$ et $\sigma = \frac{\omega_{FMR}}{\omega}$ avec $\omega_{FMR}/2\pi$ la fréquence de résonance ferromagnétique.

Dans le cas d'un circulateur à nanofils, le tenseur effectif (4.4) donne $\omega_{FMR} = \gamma\mu_0 (H_a + \frac{1}{2}M_s)$ où H_a est le champ de polarisation appliqué, et $p = \gamma\mu_0 P \cdot \frac{M_S}{\omega}$. p est négligeable devant α et σ , on a alors :

$$Q_{\Delta H_{\text{membrane}}} = \frac{\frac{(\omega_{FMR}^2 - \omega^2)^2}{\omega_{FMR}^2 + \omega^2} + \frac{2}{T^2}}{\frac{1}{T} \cdot \omega'_M} \quad (4.9)$$

où

- $1/T = \gamma\mu_0 \frac{\Delta H_{\text{global}}}{2}$
- $\omega'_M = \gamma\mu_0 P \cdot M_S$
- ω correspond à la fréquence du champ h hyperfréquence dans le plan de la membrane.

Dans des conditions usuelles, l'écart entre la fréquence de travail et la fréquence de résonance ferromagnétique est suffisamment grand devant $1/T$ (représentatif de la largeur de raie d'absorption à la résonance) pour que le terme $1/T^2$ puisse être négligé au numérateur de (4.9).

Pour le premier mode de circulation à 15 GHz du circulateur à nanofils de cobalt présenté dans [89], et avec $\Delta H = 127$ kA/m (soit 1600 Oe), correspondant à des mesures sur des membranes de porosité 0,03 avec des nanofils de cobalt de 29 nm de diamètre déposés sous un pH de 6,6 [23], on a alors :

$$Q_{\Delta H_{Co}}^{-1} = 0.006$$

L'étude des propriétés diélectriques nous donne (3.1.7) :

$$Q_{\tan\delta}^{-1} = 0,005$$

tandis que l'étude des plans conducteurs donne à 15 GHz pour des plans de 300 nm d'épaisseur (3.26) sur des membranes de 21 microns d'épaisseur :

$$Q_{\text{or } 300\text{nm}}^{-1} \simeq 0,125$$

et à 15 GHz pour des plans épais devant l'épaisseur de peau ($\delta_{\text{peau}} \approx 600$ nm à 15 GHz) (3.25) :

$$Q_{\text{conducteurs}}^{-1} \simeq 0,033$$

Dans le cas du dispositif présenté dans [89],

$$\begin{aligned} Q_0^{-1} &= 0,006 + 0,005 + 0,125 \\ &= 0,136 \end{aligned}$$

soit

$$Q_0 = 7$$

et l'on doit vérifier (1.74, 1.68) :

$$Q_L^{-1} = \frac{1}{\tan \frac{\pi}{6}} \cdot \frac{2n}{x_{n,j}^2 - n^2} \cdot \frac{\kappa}{\mu}$$

soit sur ce premier mode de résonance ($n = \pm 1$) avec $\frac{\kappa}{\mu} \approx 0,025$ (4.7) :

$$\begin{aligned} Q_L^{-1} &= 1,45 \cdot \frac{\kappa}{\mu} \\ &= 0.036 \end{aligned}$$

soit

$$Q_L = 27$$

ce qui est incompatible avec la valeur de Q_0 : Q_L est toujours plus faible que Q_0 . Les conditions de circulation optimale sont donc fortement non respectées. Avec le même effet magnétique $\frac{\kappa}{\mu}$, les mêmes pertes magnétiques et diélectriques, il faut réduire le $Q_{\text{conducteurs}}^{-1}$ à des valeurs inférieures à 0,007 pour pouvoir respecter les conditions de circulation et vérifier $Q_0 > 2 \cdot Q_L$, soit des pertes d'insertion inférieures à 3 dB. Cela est possible pour une épaisseur de diélectrique magnétique cinq fois plus épaisse (soit environ 100 microns) et des plans conducteurs épais (devant l'épaisseur de peau), on a alors

$$\begin{aligned} Q_{\text{conducteurs}}^{-1} &= \frac{0,033}{5} \\ &= 0.0066 \end{aligned}$$

À défaut, les dispositifs présenteront des pertes d'insertion élevées et/ou une isolation limitée.

La comparaison des estimations de Q^{-1} indique que les pertes les plus importantes sont dans les plans conducteurs, viennent ensuite les pertes magnétiques, et enfin les pertes diélectriques.

Nous avons proposé une solution permettant d'obtenir des pertes magnétiques globales comparables à celles d'un nanofil unique (paragraphe 3.2.3.5), soit idéalement un ΔH de l'ordre de 16 kA/m (soit 200 Oe). Le facteur de qualité correspondant est alors plus élevé, ce qui revient à

$$Q_{\Delta H, \text{idéal}}^{-1} = 0,002$$

à 20 GHz pour un circulateur dont la membrane est identique à celle utilisée dans [89], soit une valeur plus faible que $Q_{\tan \delta}^{-1}$. La plus faible largeur de raie permet de travailler à 20 GHz soit une fréquence plus proche de la fréquence de résonance ferromagnétique, tout en conservant une faible contribution magnétique aux pertes d'insertion : il est alors possible d'obtenir un plus fort $\frac{\kappa}{\mu}$ pour un faible niveau de pertes d'insertion d'origine magnétique (4.6).

Même en supposant que l'or déposé est épais devant l'épaisseur de peau, les pertes conducteurs demeurent le premier facteur de pertes. Les pertes magnétiques peuvent être réduites à $\Delta H = 16$ kA/m (soit 200 Oe), mais cette amélioration n'est pertinente que si la contribution des pertes conducteurs est réduite. Afin d'augmenter le facteur de qualité Q_0 , des améliorations du matériau ne sont plus pertinentes : *il nous faut remettre en cause l'architecture même du dispositif.*

4.3 Architectures de dispositifs non-réciproques à membranes chargées de nanofils magnétiques

4.3.1 Réduction des pertes par un changement d'architecture

4.3.1.1 Réduction des pertes conducteurs

Dans le cas des circulateurs à nanofils, la membrane chargée de nanofils est épaisse de 20 à 22 microns. Or, une faible épaisseur est défavorable lors du calcul des pertes conducteurs. En effet, les principaux termes de pertes sont calculés par un rapport d'intégrales volumiques. Ainsi, un volume double du même matériau aboutit aux mêmes pertes magnétiques et diélectriques, car

les intégrales au numérateur et au dénominateur augmentent dans les mêmes proportions. Par contre, un volume double divise par deux¹ la contribution des pertes conducteurs, car l'intégrale au numérateur est surfacique. Ceci est illustré par How [51] (figure 2.4) et par la formule (3.24).

Nous proposons plusieurs variantes de l'architecture initiale permettant d'augmenter le ratio du volume utile rapporté à la surface (figure 4.3).

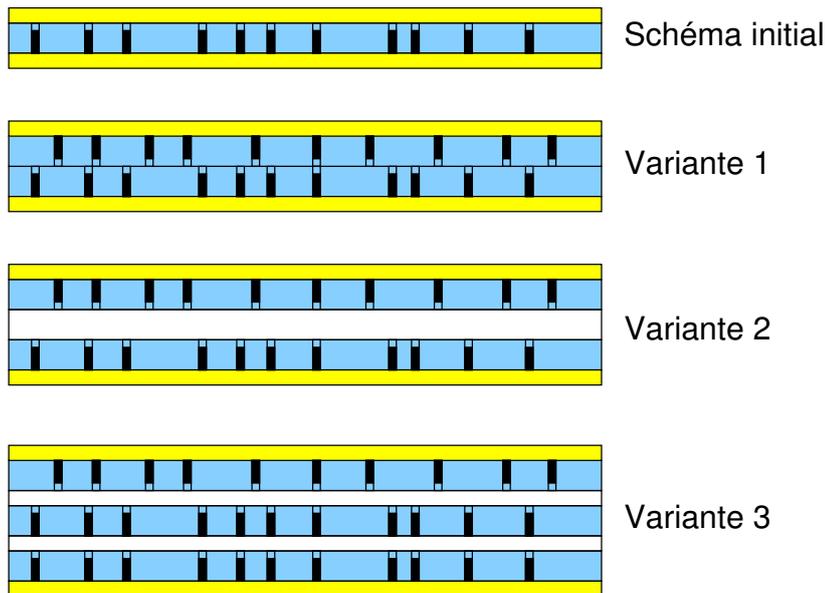


FIG. 4.3: Architecture multicouche de dispositif à membranes de nanofils permettant de minimiser le poids des pertes conducteurs.

La première variante consiste à doubler l'épaisseur totale de membrane, en plaçant deux membranes entre le plan de masse et le conducteur. On conserve un dispositif équivalent au dispositif initial, mais les pertes conducteurs sont moindres, et l'adaptation d'impédance doit être revue suite à ce changement d'épaisseur. Le volume de matériau magnétique augmente dans les mêmes proportions que le volume du résonateur, ce qui signifie que la droite $\Delta f/f$ ne se déplace pas sur la figure 4.2. Cette architecture revient donc à diminuer la contribution des pertes conducteurs sans perdre d'effet magnétique utile. Toutefois, si des nanopores sont quasi-remplis sur les membranes inférieures et supérieures, des courts-circuits ou effets capacitifs indésirables peuvent avoir lieu s'ils sont en vis-à-vis.

¹On suppose que les mêmes modes sont préférentiellement excités. Si l'on augmente trop l'épaisseur, les conditions d'application de ce modèle ne sont plus respectées : des modes normalement négligeables peuvent alors prendre de l'importance, voire devenir prédominants si le disque très épais se transforme en cylindre.

La seconde variante consiste à intercaler une membrane de diélectrique faible pertes entre les deux membranes chargée de nanofils. La contribution des pertes conducteurs est moindre que pour la variante 1, mais l'effet magnétique $\frac{\kappa}{\mu}$ est plus faible car le matériau inséré ne contribue pas à l'effet circulateur alors qu'il augmente le volume du résonateur (déplacement de la droite $\Delta f/f$ du diagramme de fonctionnement vers l'origine, qui tend à augmenter les pertes d'insertion à Q_0 constant). Cette architecture présente cependant l'avantage sur la précédente de garantir l'absence de court-circuit et d'effets capacitifs indésirables.

Une dernière variante consiste à empiler un certain nombre de membranes chargées ou non, après avoir ôté le plan de masse des membranes chargées intercalaires.

D'après (3.25) et (3.24), une épaisseur de membranes chargées au moins cinq fois plus importante permettrait de ramener l'influence des pertes conducteurs au niveau des pertes magnétiques idéales ou des pertes diélectriques ($Q_{0_i}^{-1} \approx 0,005$). Il convient alors de réduire ces trois facteurs. En supposant qu'en choisissant un autre métal les pertes magnétiques idéales puissent être encore réduites, si l'on augmente encore l'épaisseur ce sont alors les pertes diélectriques qui prédominent.

4.3.1.2 Réduction des pertes magnétiques et diélectriques

Les pertes magnétiques et diélectriques sont plus élevées dans les membranes chargées de nanofils que dans les ferrites de YIG. Nous supposons que les pertes dans les plans conducteurs peuvent être réduites suffisamment de sorte que les pertes magnétiques ou diélectriques constituent le principal facteur de pertes d'insertion. Afin de réduire les pertes d'insertion du dispositif, nous proposons alors de stocker plus d'énergie en dissipant moins d'énergie diélectrique et magnétique. L'énergie stockée croît avec le volume de résonance, tandis que l'énergie dissipée croît avec le volume de membrane chargée de nanofils. La répartition des champs présentée tableau 1.8 indique que le champ électrique est maximal loin du centre, alors que le champ magnétique est maximal au centre, où il est de plus polarisé de manière à lever la dégénérescence [33].

On peut alors envisager d'avoir un diélectrique à faibles pertes diélectriques et à pertes magnétiques nulles dans les zones de fort champ électrique, et de réduire la membrane chargée de nanofils à la zone utile du point de vue magnétique.

Un circulateur fonctionnant sur les modes $n = \pm 1$ ainsi modifié est représenté par le schéma de la figure (4.4).

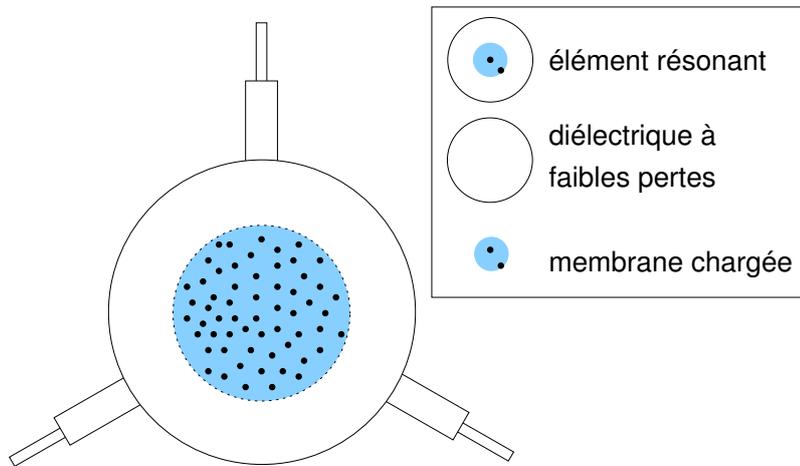


FIG. 4.4: Circulateur à zone optimale de nanofils.

Si la constante diélectrique est différente entre les deux matériaux, il faudra alors ajuster les dimensions de sorte que la fréquence de résonance du disque complet corresponde à celle recherchée. Les adaptateurs quart d'onde doivent être recalculés également.

D'autres répartitions sont envisageables, comme une variation continue de la densité de nanofils en fonction du rayon, les zones à fortes densité et faibles densité devant être évaluées en fonction des modes de résonance utilisés et de la répartition des champs correspondante (voir tableau 1.8).

Ces architectures ont donné lieu au dépôt d'un brevet dans le cadre de cette thèse [3], et peuvent être combinées avec l'utilisation des variantes présentées figure 4.3.

4.4 Modélisation de dispositifs non-réciproques à membranes chargées de nanofils magnétiques

Afin d'optimiser l'architecture des dispositifs non-réciproques à membranes chargées de nanofils, il est pratique d'utiliser les outils classiquement utilisés pour optimiser les circulateurs. Les dispositifs à nanofils considérés contenant plusieurs millions de nanofils, la simulation du comportement individuel de chaque nanofil exigerait des ressources considérables en puissance de calcul, en mémoire et en temps, ce qui empêche l'utilisation directe de ces outils. C'est pourquoi nous proposons de modéliser le matériau "membrane chargée de nanofils" sous champ magnétique nul par le matériau ferrite équi-

valent défini en 4.1, sous champ magnétique pouvant être éventuellement non nul. Un tel matériau ferrite peut alors être traité directement par les outils classiques de modélisation par éléments finis traitant les matériaux magnétiques en hyperfréquence. Il est alors possible de simuler des dispositifs à membrane de nanofils existant ou nouveaux.

4.4.1 Modélisation d'une membrane chargée par un matériau ferrite polarisé

4.4.1.1 Épaisseur et qualité de métal

L'épaisseur de métal doit être supérieure à l'épaisseur de peau pour éviter des pertes trop importantes. Dans les dispositifs réalisés, ce n'est pas toujours le cas en raison de problèmes technologiques ou pratiques. Ainsi une forte épaisseur d'or (2 microns) sur une membrane fine (20 microns) tend à provoquer l'auto-enroulement de la membrane, rendant difficile voire partiellement destructrice l'intégration de celle-ci au dispositif.

Si l'on travaille à des fréquences voisines de 15 GHz, l'épaisseur de peau δ_{peau} dans le cuivre est de l'ordre de 500 nm. Pour des épaisseurs réelles inférieures ou comparable à l'épaisseur de peau, il est possible de modéliser ces plans fins par des plans épais de résistivité plus forte, comme détaillé en 3.3.

Les simulations peuvent être réalisées pour des plans métalliques épais (2 microns), avec la résistivité de l'or ou une résistivité équivalente 3,7 fois plus faible (comme détaillé en 3.3) rendant compte d'une épaisseur réelle de 300 nm.

4.4.1.2 Obtention du paramètre ϵ' par rétroaction

La hauteur de remplissage joue un rôle très important sur ϵ' , tel que le confirme [99]. La hauteur de remplissage des dispositifs présentés n'est pas connue précisément, c'est pourquoi ϵ' a été déterminé par rétroaction pour les simulations. La valeur trouvée par cette méthode peut être comparée à la mesure par pont LCR donnant $\epsilon' = 5,2$ à basse fréquence (3.12), la rétroaction permettant de vérifier que cette valeur est pertinente à la fréquence de travail. La détermination de ϵ' par rétroaction repose sur les hypothèses suivantes :

- μ' du matériau ferrite équivalent est proche de 1. En effet, la porosité doit rester faible afin de garantir $\frac{M_R}{M_S} \simeq 1$.
- une erreur sur ϵ' provoque une erreur sur la fréquence de résonance du disque.

Si la géométrie est correcte, le fait d'obtenir par simulation la même fréquence de résonance que celle mesurée implique que la valeur ϵ' utilisée dans la simulation est la valeur correcte du matériau effectif selon l'axe z .

Le processus de rétroaction est le suivant :

1. Tout d'abord, une simulation d'initialisation est lancée, avec pour paramètre $\epsilon'_i = \epsilon'_{PC}$, ce qui revient à négliger l'influence des nanofils dans un premier temps.
2. Ensuite, la fréquence de résonance expérimentale et la fréquence de résonance permettent de calculer la correction à apporter à ϵ'_i . En effet, en supposant que $\mu' \simeq 1$, la relation

$$f_{\text{résonance}} \propto \frac{1}{\text{longueur} \cdot \sqrt{\epsilon' \cdot \mu'}}$$

entraîne

$$\epsilon'_{\text{effectif}} = \epsilon'_i \cdot \left(\frac{f_{\text{résonance}_i}}{f_{\text{résonance}_{\text{mesure}}}} \right)^2$$

3. La simulation finale est lancée avec la valeur ainsi calculée $\epsilon'_{\text{effectif}}$.

4.4.1.3 Validation du modèle de matériau ferrite équivalent par la simulation d'un dispositif réel

En appliquant les hypothèses précédentes au premier circulateur réalisé à UCL et en s'appuyant sur les données publiées correspondantes [89, 90], le matériau effectif peut être défini de la manière suivante :

- $P = 0,032$ d'après [90].
 - $M_{S_{\text{effectif}}} = 44$ kA/m soit $4\pi M_{S_{\text{effectif}}} = 550$ Gauss pour des membranes de porosité P remplies de nanofils de cobalt (4.1). On utilise directement $M_{S_{Co}}$ tiré de la littérature [57] sans utiliser M_R , l'hypothèse de saturation étant justifiée par [47, 48, 90].
 - $g = 2$ d'après [29, 44].
 - $H_i = 910$ kA/m d'après (4.3) avec $\gamma = g \frac{\mu_B}{\hbar}$. $f_{FMR} = 32$ GHz est extraite directement de la mesure [90] et non calculée d'après [20, 21, 23], afin d'éviter les problèmes d'anisotropie du cobalt évoqués plus haut (paragraphe 3.2.2 et [20, 21]).
 - $\epsilon'_i = 5,2$ d'après (3.12).
 - $\tan \delta = 5 \times 10^{-3}$ d'après (3.1.7).
 - $\Delta H = 127$ kA/m (soit 1600 Oe), d'après les mesures sur des membranes de porosité 0,03 avec des nanofils de cobalt de 29 nm de diamètre déposés sous un pH de 6,6 [23].
-

La géométrie est celle décrite dans [89]. La rétroaction sur ϵ' donne $\epsilon' = 4,9$ et confirme ainsi à haute fréquence la valeur $\epsilon' = 5,2 \pm 0,3$ obtenue en (3.12).

Les simulations ont été réalisées à l'aide du logiciel HFSS d'Ansoft. Les résultats sont présentés figure 4.5. Il est important de prendre en compte la faible épaisseur d'or afin de retrouver des niveaux de pertes comparables à ceux observés figure 2.10. On observe alors un premier mode de résonance dimensionnelle à 15 GHz, avec des pertes d'insertion légèrement supérieures à 10 dB, le second mode voisin de 26 GHz avec des pertes de l'ordre de 20 dB. L'allure des courbes simulées et mesurées est identique, excepté au delà de 35 GHz, où les réponses S_{12} et S_{21} passent par un maximum à 37 GHz avant de diminuer jusqu'à 40 GHz sur les mesures, tandis qu'elles augmentent de 37 GHz à 40 GHz sur les simulations.

Ces résultats confirment le bon accord qualitatif et quantitatif entre les mesures et les simulations obtenues par la méthode que nous avons présentée utilisant un "matériau ferrite équivalent". Il devient alors possible d'utiliser la simulation pour étudier et optimiser les dispositifs à nanofils.

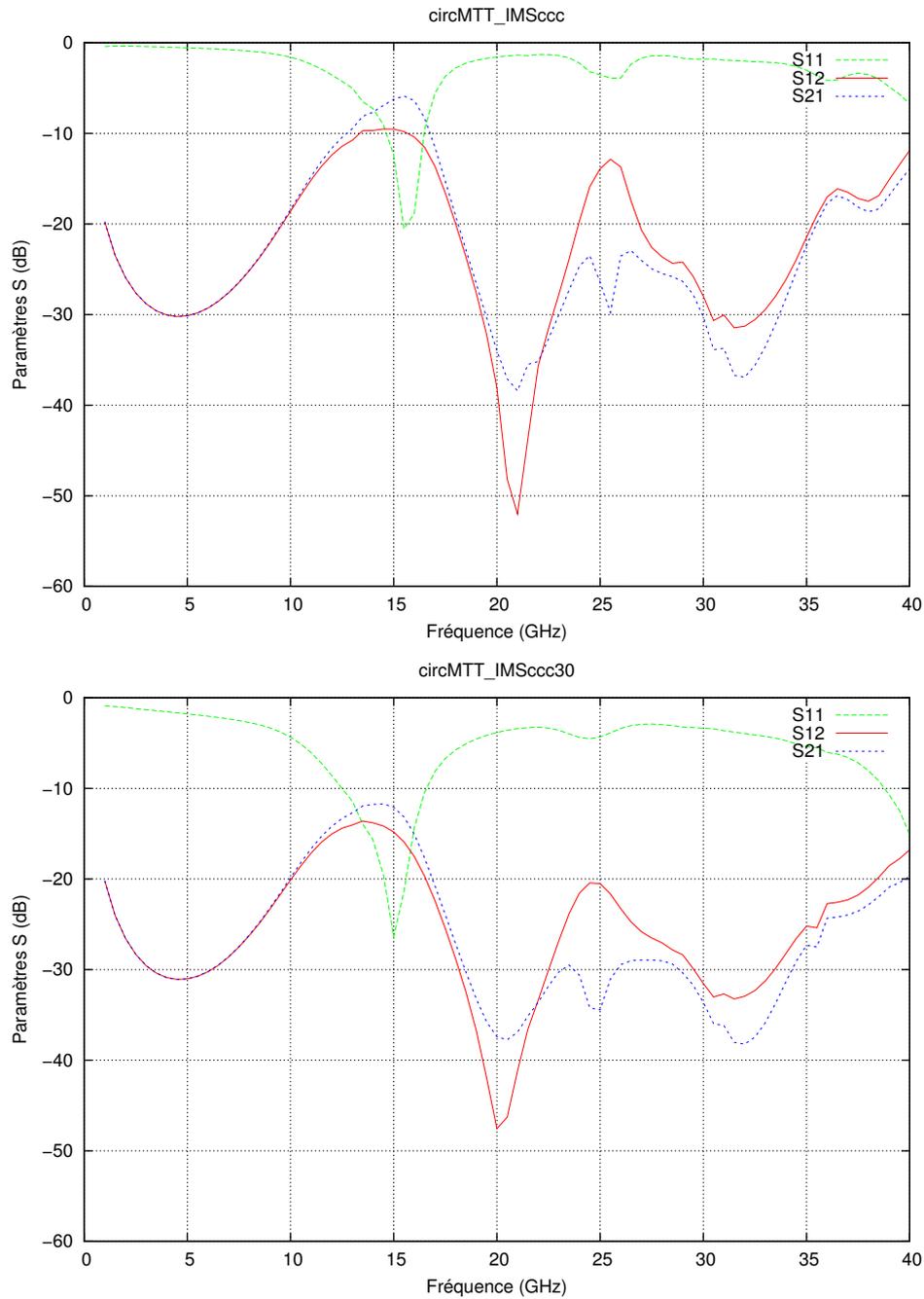


FIG. 4.5: Dispositif simulé à l'aide du logiciel HFSS, d'après l'architecture de [89]. En haut, simulation avec des conducteurs en or épais devant l'épaisseur de peau. En bas, avec des conducteurs épais devant l'épaisseur de peau, mais donc la résistivité rend compte d'une épaisseur plus faible d'après la formule (3.23).

4.4.1.4 Influence des divers paramètres

Une modification légère des valeurs numériques de H_i (variation de 10%), M_S (variation de 20%), ΔH (variation de 30%) ne modifie pas significativement les courbes simulées.

Afin de vérifier quels sont les facteurs de pertes les plus pertinents, des simulations complémentaires ont été réalisées, pour des pertes diélectriques deux fois plus élevées (1×10^{-2} au lieu de 5×10^{-3}), des pertes magnétiques deux fois plus élevées ($\Delta H = 3200$ Oe au lieu de $\Delta H = 1600$ Oe), et enfin pour une résistivité effective une fois et demie plus faible. La variation des pertes d'insertion en fonction des variations d'un paramètre particulier est présentée tableau 4.2.

x	x_0	$100 \cdot \frac{\delta(dB)/(dB)}{\delta x/x}$
ΔH	1600 Oe	3
$\tan \delta$	0,005	3
ρ	3,3 $\Omega \cdot m$	85
épaisseur de diélectrique	21 μm	70

TAB. 4.2: Influence des paramètres de pertes. Variation relative (en %) du niveau de pertes d'insertion à 15 GHz en fonction de la variation relative de chaque facteur de pertes. Les couplages ne sont pas pris en compte.

Le niveau de pertes d'insertion est sensible quasi-exclusivement à l'épaisseur de diélectrique et à la résistivité du métal. Ces paramètres interviennent dans le calcul des pertes conducteurs : ces dernières constituent le principal facteur de pertes du dispositif.

4.4.2 Modélisation d'une nouvelle architecture de dispositif non-réciproque à base de membranes chargées.

Afin de réduire la contribution des pertes d'insertion dues aux conducteurs, les variantes proposées plus haut (figure 4.3) sont envisagées. Les résultats de la simulation de la variante 1 sont présentés figure 4.6.

Le doublement d'épaisseur de diélectrique permet de réduire les pertes d'insertion à moins de 5 dB sur le premier mode de circulation centré sur 15 GHz avec un élargissement de la bande, et de réduire les pertes d'insertion de 13 à 9 dB sur le second mode à 26 GHz.

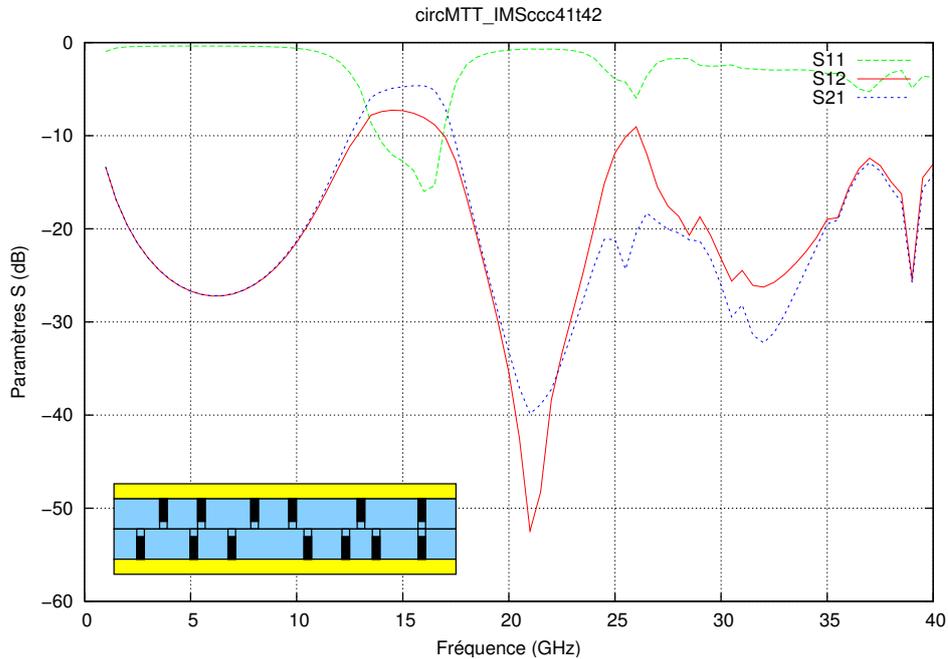


FIG. 4.6: Simulation de la variante 1 (figure 4.3) avec des conducteurs en or épais devant l'épaisseur de peau.

L'augmentation de l'épaisseur de diélectrique est incontournable pour réduire significativement les pertes d'insertion des dispositifs de 21 microns d'épaisseur. Le calcul est présenté ici pour la variante 1, il peut être effectué pour la variante 2 mais au prix d'un maillage deux fois plus fin et comportant trois fois plus de mailles selon la direction z correspondant à l'épaisseur. La variante 2 peut cependant être plus facilement mesurée, comme nous le présentons dans la section suivante figure 4.21. Ces résultats sur la variante 1 démontrent la pertinence des architectures proposées figure 4.3, des gains plus importants étant attendus pour des épaisseurs plus importantes atteignables avec les autres variantes présentées.

L'amélioration des performances obtenues par le simple doublement épaisseur est obtenue sans optimiser les couplages : les dimensions de lignes d'accès les transformateurs quart d'onde utilisés ici sont identiques à ceux calculés pour une épaisseur de 21 microns. Les performances pourraient être encore améliorées par le choix de nouvelles dimensions pour les lignes d'accès et transformateurs quart d'onde calculées en tenant compte de la nouvelle épaisseur de diélectrique. Nous préférons cependant présenter les résultats pour une géométrie dont seule l'épaisseur est modifiée, et dont les autres dimen-

sions ont été calculées pour une épaisseur de 21 microns, afin de mettre en évidence le gain de performance dû au changement d'épaisseur.

4.5 Mesures de dispositifs

4.5.1 Reproductibilité et homogénéité

Afin d'envisager un avenir industriel aux dispositifs à base de membranes chargées de nanofils, et plus généralement afin de pouvoir obtenir de nouveaux dispositifs aux propriétés contrôlées, il convient de s'intéresser à la reproductibilité et à l'homogénéité des échantillons.

4.5.1.1 Reproductibilité et caractérisation

Les mesures sur membranes de polymères vides indiquent une très bonne reproductibilité des paramètres diélectriques des membranes non remplies. En ce qui concerne les membranes chargées, les caractéristiques des échantillons mesurés sont proches (mais pas identiques) lorsque les échantillons proviennent de la même feuille de polymère et subissent des traitements identiques à des moments voisins. Cependant, il est très difficile de reproduire les caractéristiques d'un lot lorsque plusieurs semaines s'écoulent entre le traitement d'un premier échantillon et le traitement du second (les pores tendent à se reboucher au cours du temps, ce qui est dû à l'autocicatrisation du polycarbonate), ou lorsque les échantillons sont issus de feuilles de polymère différentes. Il est donc indispensable de pouvoir caractériser chaque échantillon par les mesures présentées plus haut (chapitre 3), tout en conservant la possibilité de l'introduire ensuite dans des dispositifs : si les mesures détruisent l'échantillon, la non-reproductibilité et la dispersion des résultats d'un échantillon à l'autre remettent en cause la possibilité de concevoir un dispositif non-réciproque à membranes chargées de nanofils d'après les propriétés de la membrane.

La taille typique des membranes obtenues après électrodéposition est de 1 cm par 1 cm, du même ordre de grandeur que la surface utilisée pour réaliser un dispositif (disque de 5 mm à 10 mm de diamètre pour les dispositifs étudiés), ce qui justifie de s'intéresser au volume d'échantillon consommé lors des mesures de caractérisation.

Parmi les différentes mesures présentées au chapitre 3, certaines sont destructrices. Plus exactement, l'échantillon utilisé pour la mesure ne peut plus être utilisé dans un dispositif de type circulateur après la mesure, mais il peut être remesuré à l'identique par la suite (afin de vérifier la conservation de ses propriétés dans le temps par exemple).

C'est le cas des mesures de pertes magnétiques réalisées sur des rondelles de membrane de 4 mm percées en leur centre. Par contre, la mesure par AGFM peut réutiliser les rondelles percées précédentes, ou d'autres échantillons, qu'il suffira de nettoyer. Les mesures par pont LCR peuvent s'effectuer sur des dispositifs de type circulateur déjà réalisés, sans les détruire.

Afin de limiter le volume d'échantillon consommé par la mesure de pertes magnétiques, les méthodes de mesure traditionnellement utilisées pour caractériser les couches minces (RFM) seront préférées à celles utilisées pour caractériser les ferrites.

Le volume total d'échantillon consommé devient alors très faible pour les mesures RFM, et le matériau utilisé pour réaliser le dispositif final peut être caractérisé par AGFM avant l'intégration finale, avant d'être mesuré par pont LCR. Par contre, le paramètre $\tan \delta$ sur membrane chargée n'est pas accessible directement : soit il est déduit des valeurs mesurées en cavité sur membranes vides, soit il est extrait des mesures en lignes (consommatrices d'une surface d'échantillon de 1 cm par 0,5 mm environ), en tenant compte de tous les effets parasites intervenant sur les quantités effectivement mesurées.

Une solution au problème de reproductibilité serait de fabriquer des membranes électrodéposées de plus grande surface, mais l'homogénéité des membranes est jusqu'à présent d'autant plus dégradée que la surface électrodéposée est grande.

4.5.1.2 Homogénéité

Les mesures réalisées au cours de la thèse ont mis en évidence des problèmes de reproductibilité, et ont conduit à sélectionner des dispositifs de mesure économes en matériau, ou non destructifs. Toutefois, au sein d'un même échantillon, des problèmes d'homogénéité ont été relevés. Ils surviennent d'autant plus facilement que la surface d'échantillon est importante, au point d'être parfois visibles à l'oeil nu, comme l'illustre la figure 4.7.

La hauteur de remplissage est déterminée par la charge déposée, qui permet de compter le nombre d'ions métalliques déposés dans les nanopores (et en cas de débordement, déposés autour et au-dessus des nanofils débordés).

Une surface test est réalisée, la charge correspondant au débordement est notée, ainsi que la surface correspondante. Par une règle de trois, on connaît ainsi la charge à déposer pour remplir une surface donnée. En stoppant l'électrodéposition à une fraction de cette valeur, on remplit la membrane à cette fraction. C'est pourquoi les problèmes d'homogénéité entraînent parfois des débordements : si tous les nanopores de la surface test sont bons, mais qu'une fraction seulement des nanopores de la surface de l'échantillon le sont, ils se rempliront plus vite car ils sont moins nombreux que prévus pour un même

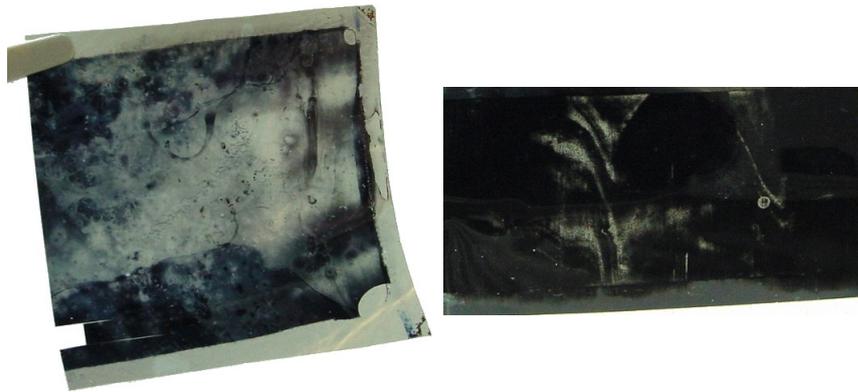


FIG. 4.7: Exemples d'échantillons de polycarbonate fortement non homogènes. À gauche, la membrane est chargée par des nanofils de $Ni_{80}Fe_{20}$ de 40 nm de diamètre, pour une porosité de 2%. À droite, ce sont des fils de cobalt de 55 nm de diamètre, pour une porosité de 3,5%. Les zones noires indiquent les aires chargées en nanofils, les zones transparentes indiquent une absence de nanofils. Le plan de masse a été retiré à gauche, et conservé à droite, mais l'épaisseur fine de celui-ci permet d'observer la transparence lors de la manipulation de l'échantillon. La transparence doit être distinguée de zones blanches ou argentées présentes sur des échantillons trop ou mal remplis dont les nanofils de certaines zones ont débordé (figure 4.8).

courant. Un fort débordement se traduit visuellement par un zone blanche métallique non transparente sur la surface normalement noire de l'échantillon (figure 4.8).

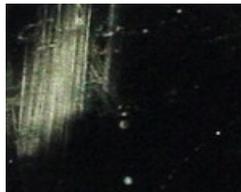


FIG. 4.8: Exemple d'échantillon dont les nanofils de nickel de 50 nm de diamètre ont débordé localement, créant une zone blanche métallique (porosité voisine de 3%).

L'homogénéité est un des principaux problèmes, suivi de la reproductibilité. Selon les feuilles de polymère irradié, voire selon les rouleaux de polymère utilisés pour l'irradiation, ces défauts sont plus ou moins fréquents. Les échantillons réalisés entre 2004 et l'automne 2006, qui constituent l'essentiel des échantillons utilisés au cours de cette thèse, proviennent d'un rouleau de polycarbonate semi-cristallin et non pas amorphe, ce qui engendre une rugosité des nanofils plus importante que la moyenne [38], et donc des défauts plus importants.

4.5.2 Réalisation d'un dispositif de test

Afin de pouvoir mesurer rapidement les différents échantillons dans diverses configurations, nous avons créé un dispositif de mesure à architecture modulaire. Le plan du premier prototype est donnée figure 4.9. Les connecteurs utilisés (de type *SMA*) bornent la plage utile en fréquence pour ce dispositif à 26 GHz.

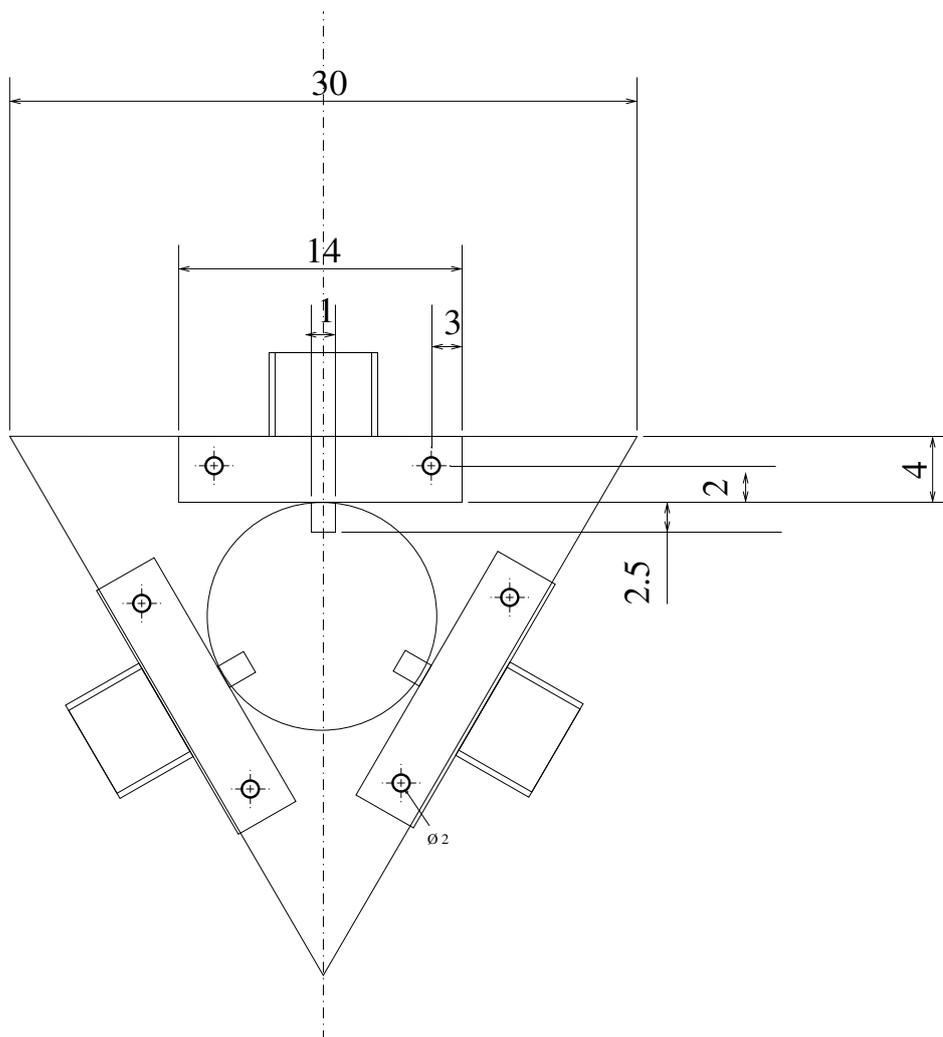


FIG. 4.9: Plan du premier prototype de dispositif de mesure

4.5.3 Validation du dispositif de test

Un échantillon test, constitué d'un disque de YIG de $635\ \mu\text{m}$ d'épaisseur métallisé sur ses deux faces à la laque d'argent, est mesuré à l'aide du premier prototype réalisé (figures 4.10, 4.11).

L'insertion de ce ferrite dans le prototype sans optimisation des couplages permet d'obtenir une isolation supérieure à 15 dB avec des pertes d'insertion inférieures à 3 dB, sur une bande de fréquence de plus de 200 MHz à 5,7 GHz (figure 4.12). Ces performances sont obtenues malgré les désadaptations et l'absence de réglage (autre que le champ magnétique externe). L'épaisseur du ferrite n'est pas très petite devant la longueur d'onde, et l'épaisseur de laque d'argent (de l'ordre de 5 microns) est nettement supérieure à l'épaisseur de peau (840 nm pour l'argent à 5,7 GHz) : les pertes conducteurs jouent un rôle secondaire par rapport aux facteurs de pertes volumiques. Cette mesure valide la pertinence du dispositif de test quant à la mesure d'effets non-réciproques.

Ce prototype sera désigné par l'appellation "Triangle1.0".



FIG. 4.10: Photo du dispositif de mesure complet (mesure d'un disque de YIG métallisé)



FIG. 4.11: Photo détaillée du dispositif de mesure (mesure d'un disque de YIG métallisé). Le troisième port est chargé par 50Ω , comme c'est le cas des circulateurs utilisés comme isolateurs.

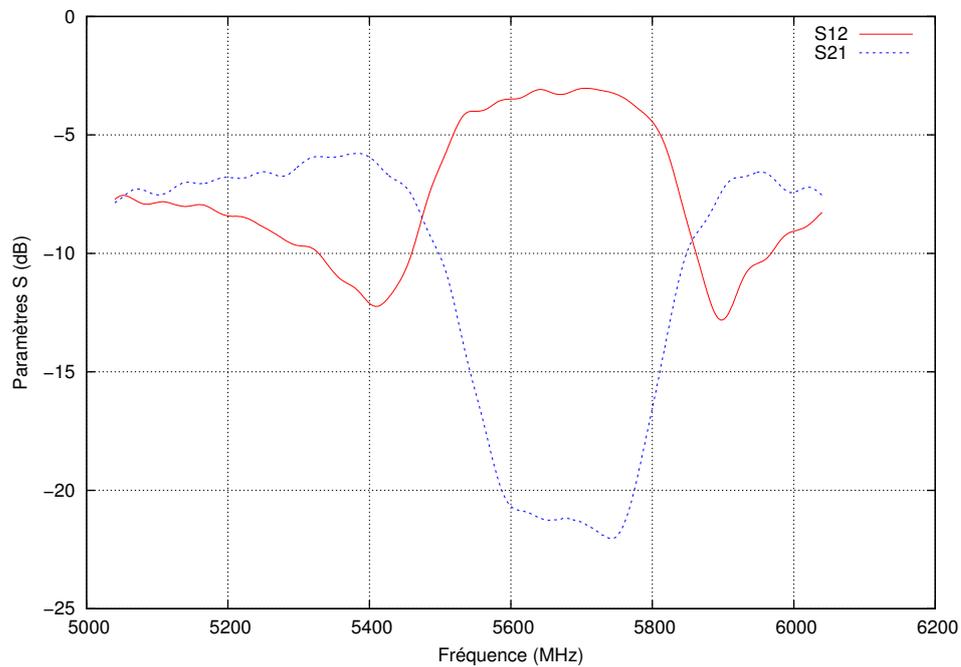


FIG. 4.12: Paramètres S du dispositif complet avec disque de YIG, couplage capacitif et champ magnétique externe. Le dispositif réalisé permet d'observer des pertes d'insertion de 3 dB pour une isolation de 19 dB, ces performances constituent un premier objectif clé pour les membranes chargées de nanofils.

4.5.4 Mesures d'architectures de dispositifs à nanofils

Nous avons mené des campagnes de mesures en collaboration avec l'équipe EMIC de l'UCL : des membranes chargées de différents métaux, au sein de différents empilements métal/membrane/isolant ont été comparées. Le dispositif de test Triangle1.0 présenté plus haut a été utilisé, ainsi que le dispositif de l'équipe EMIC suivant.

Ce dispositif consiste à déposer directement sur la membrane le conducteur formant le disque résonant, les transformateurs quart d'onde et les lignes d'accès. Un contact par pincement est ensuite pris sur les lignes d'accès au moyen du *Wiltron Universal Test Fixture*, illustré figure 4.13. Les connecteurs sont de type *K*, il est alors possible de mesurer jusqu'à 40 GHz sans être limité par les connecteurs, contrairement au dispositif Triangle1.0. Ce dispositif sera désigné par l'appellation "Wiltron UTF", les échantillons mesurés sur ce dispositif sont d'architecture similaire à celle présentée dans [89, 90] et ont été conçus et réalisés par l'équipe EMIC.

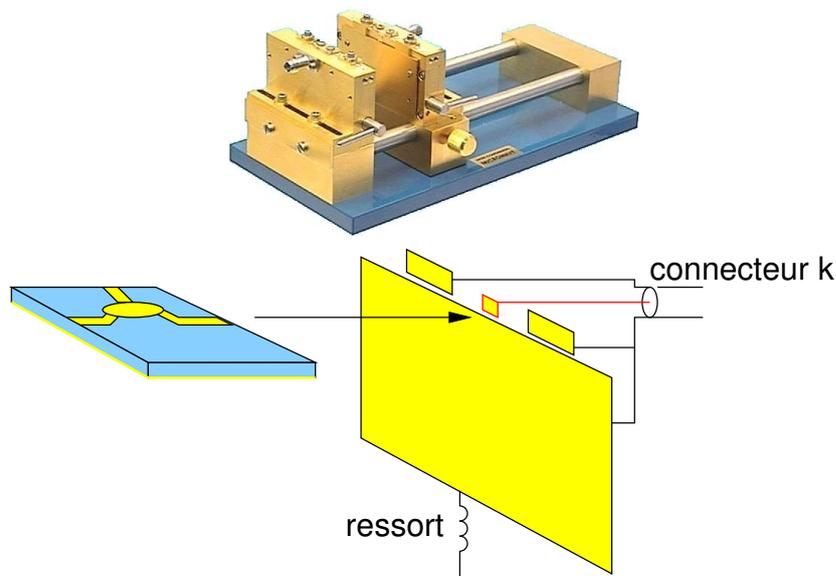


FIG. 4.13: *Wiltron Universal Test Fixture* : Photo et schéma de principe de la prise de contact sur l'échantillon. Les échantillons fragiles peuvent s'abîmer si la force du ressort est trop importante.

Trois grandes familles de comportements sont possibles :

1. Aucun effet circulateur, quel que soit le champ appliqué.
2. Effet circulateur observable sous champ uniquement.
3. Effet circulateur observable sous champ et à champ nul également.

Parmi les échantillons mesurés, deux sont des ferrites, les autres sont des membranes de polycarbonate chargées ou non par des nanofils métalliques magnétiques. Les membranes chargées font 21 microns d'épaisseur.

Les échantillons mesurés sont les suivants :

1. Ferrite M10 : un ferrite fourni par Isabelle Huynen, $M_s = 300$ mT, cylindre de 7,95 mm de diamètre et de 1,2 mm d'épaisseur, $\epsilon_r = 12$, repéré par le code M10, 1992.
2. YIG101 : un ferrite YIG101 fourni par le laboratoire de céramique Thales TRT, de 11 mm de diamètre et de 0,75 mm d'épaisseur, les faces supérieures et inférieures recouvertes de laque d'argent (présenté figure 4.12).
3. UCL Co : le circulateur à nanofils de cobalt de 30 nm de diamètre, $P = 3\%$, fourni par UCL et ayant fait l'objet d'une publication [89], disque résonant de 5 mm de diamètre, nanofils . Depuis la publication [89], les lignes d'accès ont été raccourcies.
4. UCL Ni : un circulateur à nanofils de nickel de 115 nm de diamètre, $P = 12 - 15\%$, fourni par UCL, disque résonant de 5 mm de diamètre.
5. Ni 10 : une membrane de nanofils de nickel de 52 nm de diamètre, $P = 10\%$, disque de 10 mm de diamètre.
6. Ni NanoPTT : deux membranes de nanofils de nickel de 50 nm de diamètre, $P = 1,2\%$, disques de 10 mm de diamètre (NanoPTT), de part et d'autre d'une membrane de polycarbonate non chargée selon la variante 2 présentée figure 4.3.
7. Ni 2005 : une membrane de nanofils de nickel 50 nm de diamètre, $P = 2,8\%$, disque de 10 mm de diamètre, réalisée le 26 avril 2005.
8. UCL Vide : deux circulateurs sans nanofils, fournis par UCL, sur membrane de polycarbonate de 50 microns d'épaisseur, avec un disque résonant de 5 mm de diamètre.

La vérification systématique suivante est effectuée préalablement à toute mesure :

- une charge 50Ω est connectée sur un des trois ports
- l'impédance entre l'âme de chaque connecteur et la masse doit alors valoir 50Ω , ce qui est vérifié à l'ohmmètre.

4.5.4.1 Brisure de symétrie non observée, même sous champ

4.5.4.1.1 Membranes vides sous Wiltron UTF Afin de s'assurer que les effets recherchés ne résultent pas d'un biais du dispositif de mesure, nous

avons mesuré des membranes vides supportant un motif similaire à celui utilisé dans [89]. Conformément aux prévisions, aucun effet non-réciproque n'est observé figure 4.14.

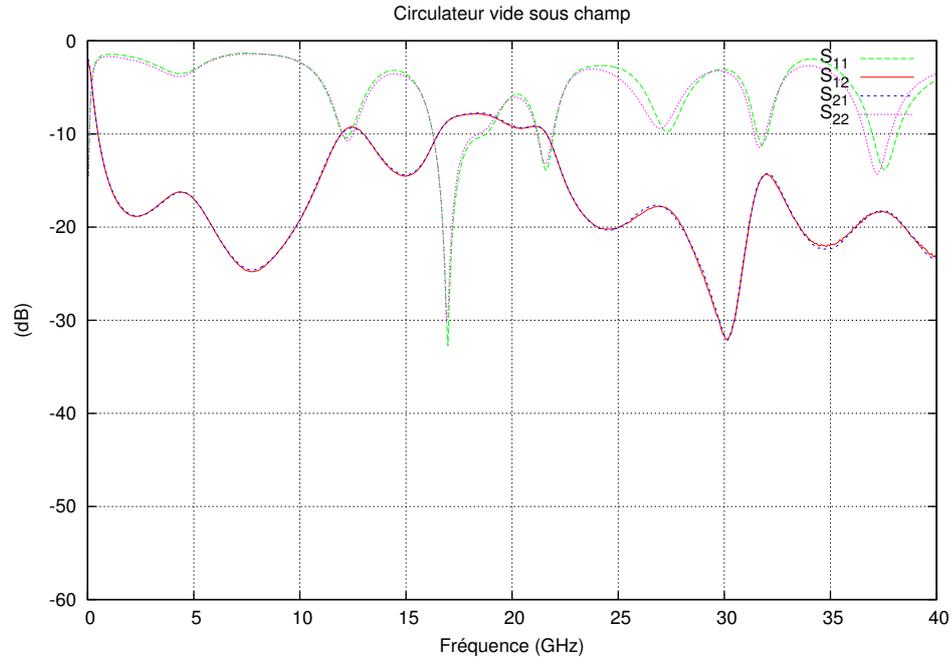


FIG. 4.14: Membrane vide (UCL Vide) : aucun effet non réciproque observé sous Wiltron UTF, malgré un champ appliqué. Hormis l'épaisseur de polycarbonate de 50 microns, au remplissage des pores près, le dispositif est similaire à celui présenté dans [89] : si l'on observe un effet sur le dispositif présenté dans [89], il ne s'agit donc pas d'un artefact lié au dispositif de mesure.

4.5.4.1.2 Membrane chargée sous Triangle1.0 Certains échantillons de membranes chargées de nanofils magnétiques ne présentent aucun effet non-réciproque visible, même lors d'un balayage en champ.

L'absence d'effet non-réciproque est ici liée à un problème d'homogénéité des membranes et qualité du rouleau de polymère utilisé (section 4.5.1) : ces échantillons ont été réalisés sur un rouleau de polycarbonate semi-cristallin et non pas amorphe.

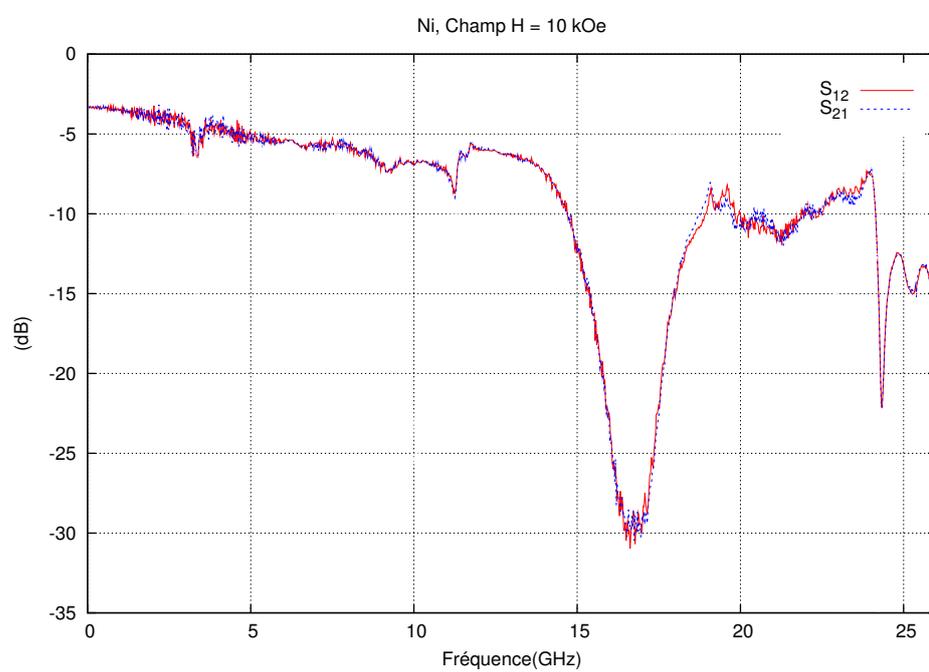


FIG. 4.15: Membrane (Ni 2005) chargée de nanofils de nickel de 50 nm de diamètre (porosité 2,8 %) : aucun effet non réciproque observé sous Triangle1.0, malgré un balayage en champ appliqué de 0 à 10 kOe.

4.5.4.2 Effet non-réciproque sous champ

Certains échantillons de membranes chargées de nanofils magnétiques de nickel ne présentent pas d'effet magnétique significatif à champ nul, mais peuvent montrer un effet non-réciproque sous un champ appliqué. Un maximum d'effet correspond à une valeur de champ définie (un champ appliqué déplace la fréquence de résonance ferromagnétique, et donc modifie la valeur de $\frac{\kappa}{\mu}$ à la fréquence de résonance dimensionnelle du dispositif). L'effet disparaît presque complètement lorsque le champ est diminué progressivement à 0 kOe.

4.5.4.2.1 Membrane chargée de nickel sous Wiltron UTF Les circulateurs à nanofils de nickel mesurés présentent un effet non-réciproque significatif en présence de champ (figure 4.16). Des champs magnétiques opposés (figures 4.16 et 4.17) ont le même effet qu'une permutation des ports 1 et 2 : il s'agit donc bien de l'effet non-réciproque magnétique recherché.

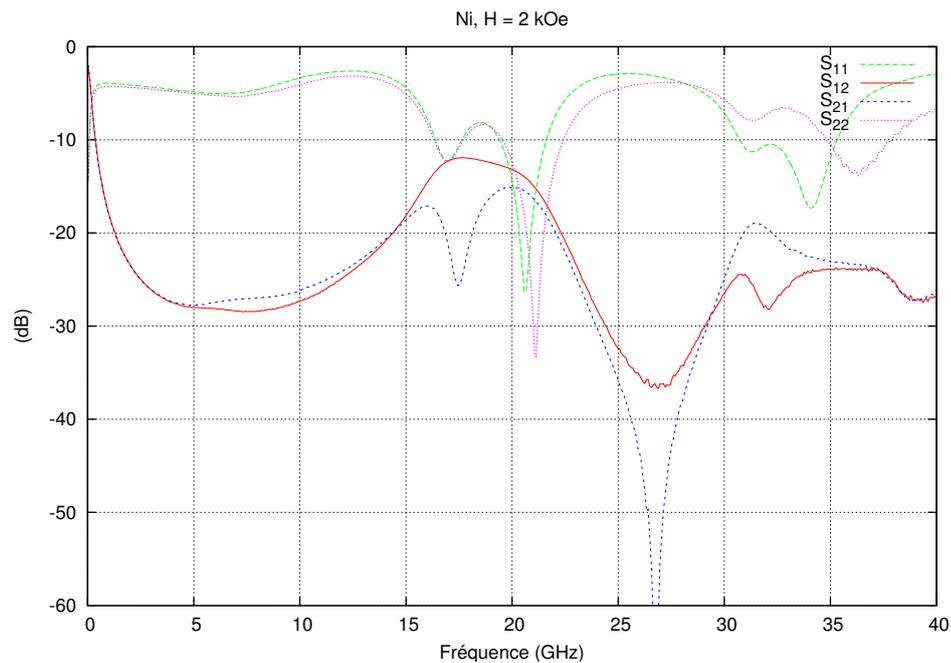


FIG. 4.16: Membrane (UCL Ni) chargée de nanofils de nickel de 115 nm de diamètre pour une porosité de 15% : effet non réciproque observé sous Wiltron UTF, avec un champ appliqué. L'architecture du dispositif est du même type que celle présentée dans [89].

L'effet disparaît à la rémanence (figure 4.18). On sait qu'un diamètre important et une densité forte tendent à diminuer le moment à la rémanence. Le diamètre des nanofils (115 nm) et la densité (13%) de l'échantillon

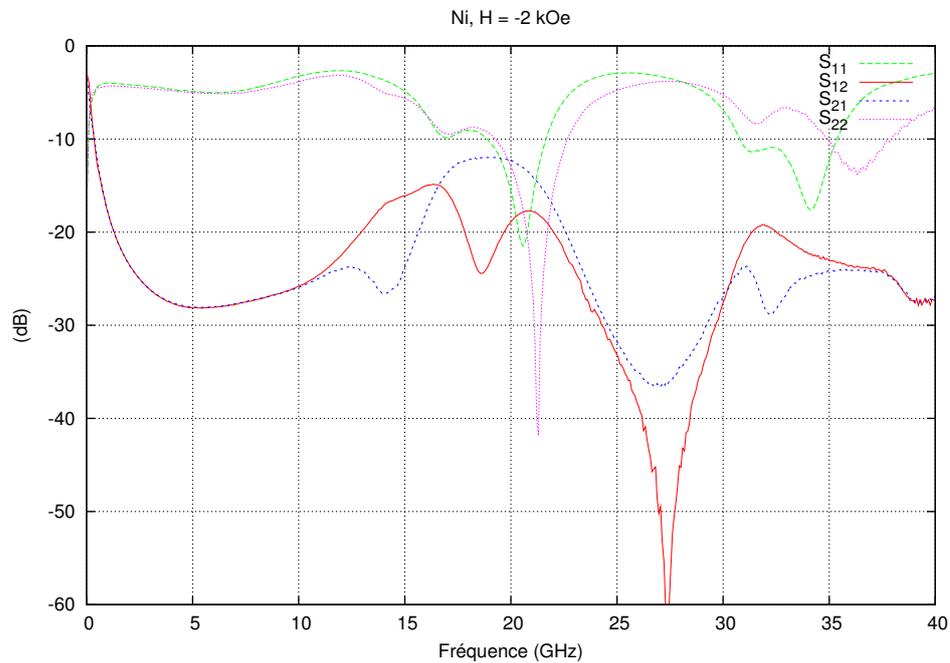


FIG. 4.17: Même dispositif (UCL Ni) que figure 4.16, sous un champ opposé à celui appliqué figure 4.16 : le sens de l'effet non-réciproque est inversé par rapport à la figure 4.16.

mesuré expliquent donc l'absence de moment à la rémanence. Le dispositif non-réciproque à champ nul présenté dans [89] utilise des nanofils d'un diamètre trois à quatre fois plus faible, ce qui offre un meilleur facteur de forme, et une porosité quatre à cinq fois plus faible, ce qui permet de limiter le couplage dipolaire entre nanofils, enfin, le cobalt a un champ coercitif plus élevé que le nickel.

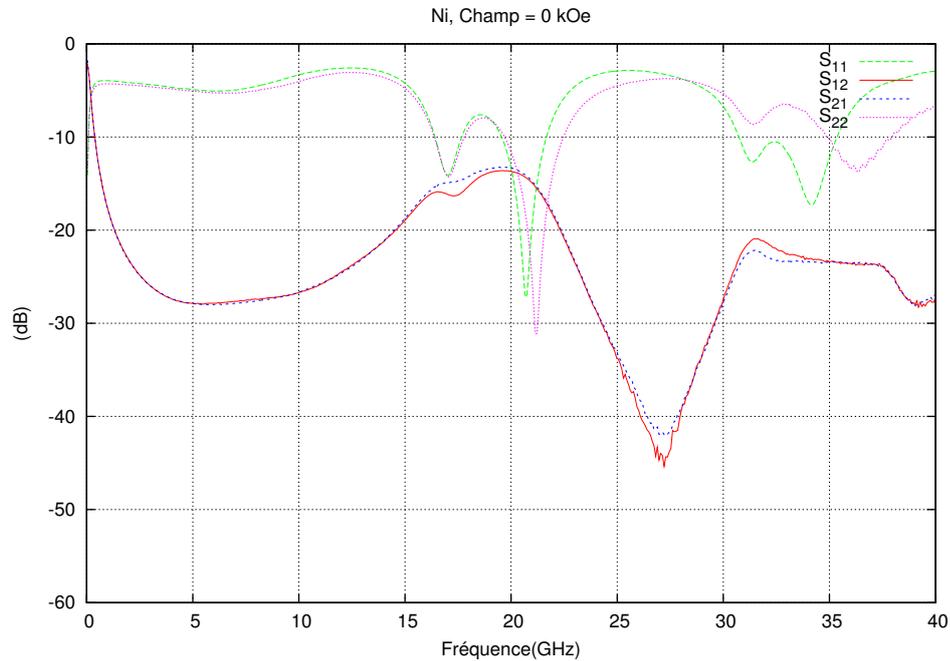


FIG. 4.18: Même dispositif (UCL Ni) que figure 4.16, sous champ nul : l'effet non-réciproque disparaît.

4.5.4.2.2 Membrane chargée de nickel sous Triangle1.0 Certains échantillons (figures 4.19 et 4.20) présentent un effet non-réciproque observable sans optimisation particulière sur Triangle1.0 : un effet non-réciproque significatif peut être observé pour un champ optimal de 800 Oe (soit 64 kA/m), mais reste observable sous un champ de 500 Oe (soit 40 kA/m). Ces échantillons sont issus d'un rouleau de polymère amorphe et non d'un rouleau de polymère semi-cristallin.

D'autres échantillons de moindre porosité ($\frac{\kappa}{\mu}$ est donc plus faible) ne permettent pas de voir d'effet non-réciproque avec l'architecture classique plan de masse/membrane/conducteur, mais l'utilisation de la variante 2 présentée figure 4.3 permet de retrouver cet effet (figure 4.21) : un plus faible $\frac{\kappa}{\mu}$ peut être compensé par des pertes plus faibles. La plage de fréquence utile est cependant directement liée à $\frac{\kappa}{\mu}$ (1.68).

Ces mesures prouvent la pertinence de la variante 2 présentée figure 4.3, et confirment que les pertes conducteurs constituent le problème majeur des architectures à membrane unique chargées de nanofils. L'utilisation de membranes plus épaisses ou de plusieurs membranes est essentielle pour optimiser les performances des dispositifs non-réciproques à membranes de nanofils.

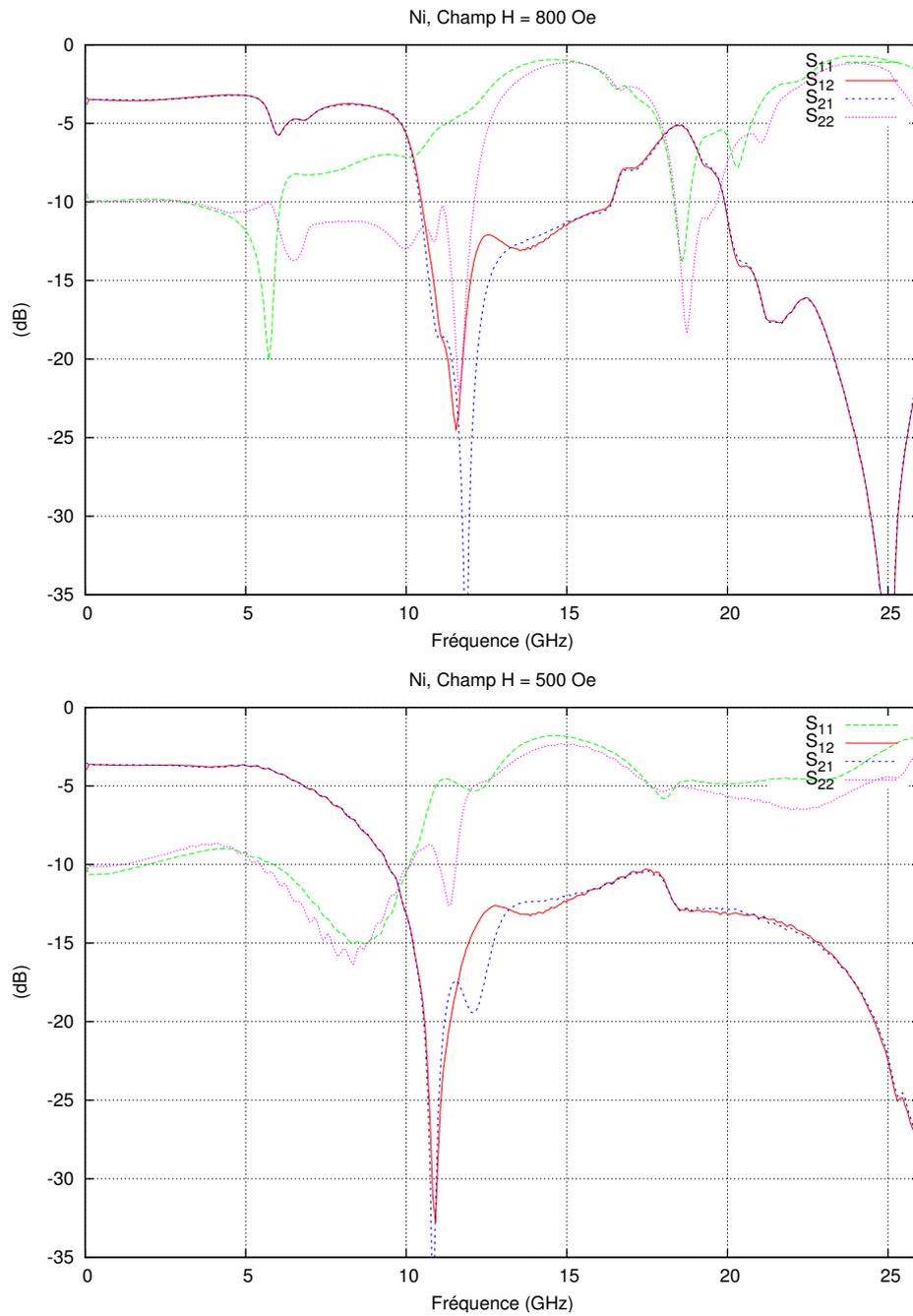


FIG. 4.19: Membrane (Ni 10) chargée de nanofils de nickel de 52 nm de diamètre, pour une porosité de 10% : effet non réciproque observé sous Triangle1.0 sous champ.

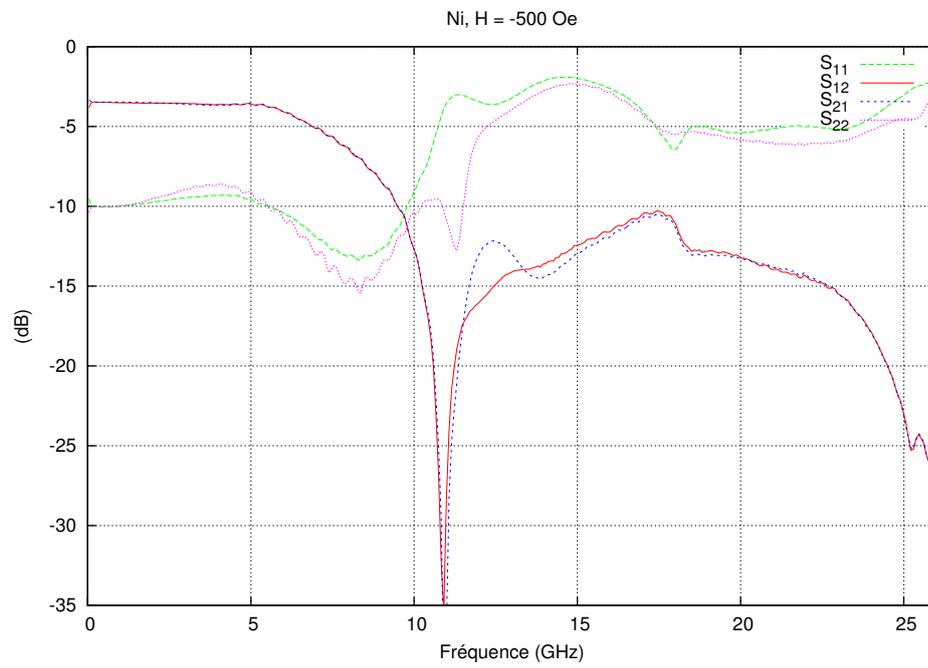


FIG. 4.20: Même dispositif que figure 4.19 mais sous un champ : l'effet non-réciproque est inversé.

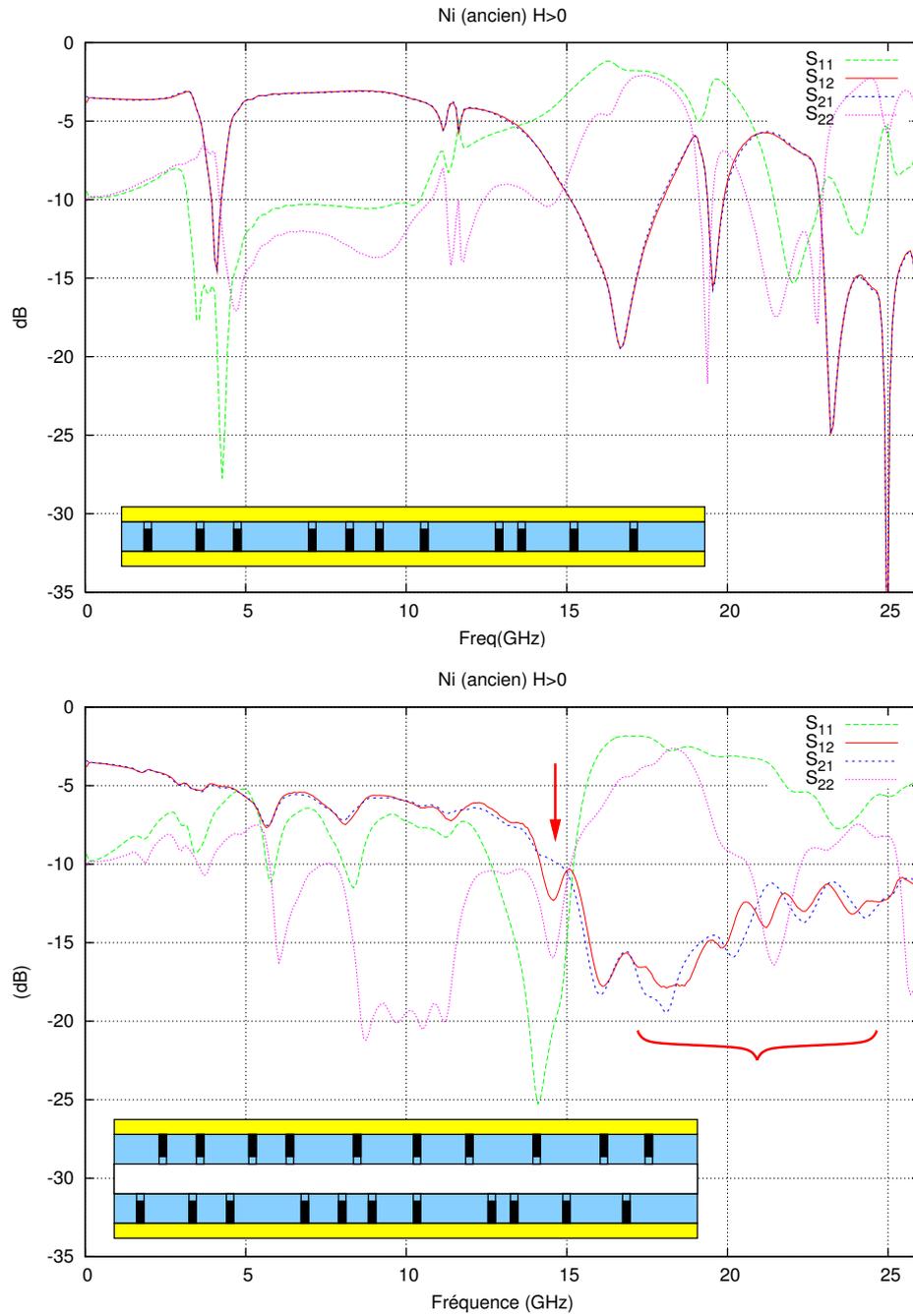


FIG. 4.21: Membrane (Ni NanoPTT) chargée de nanofils de nickel, observée sous champ selon le schéma traditionnel (en haut) et avec application de la variante 2 présentée figure 4.3 (membrane/diélectrique/membrane), qui cette fois met en évidence un effet non-réciproque vers 15 GHz et entre 17 GHz et 22 GHz.

4.5.4.3 Effet non-réciproque même à champ nul

4.5.4.3.1 Membrane chargée de cobalt sous Wiltron UTF Nous avons mesuré le circulateur UCL Co. Les performances relevées (figure 4.22) sont meilleures que celles publiées dans [89] et présentées figure 2.10 : les pertes d'insertion sont réduites de 4 dB à 15 GHz et de 5 dB à 26 GHz.

En effet, entre les mesures réalisées par EMIC pour la publication et les mesures que nous avons faites, les lignes d'accès ont été raccourcies, les pertes dans les conducteurs des lignes d'accès sont donc moindres.

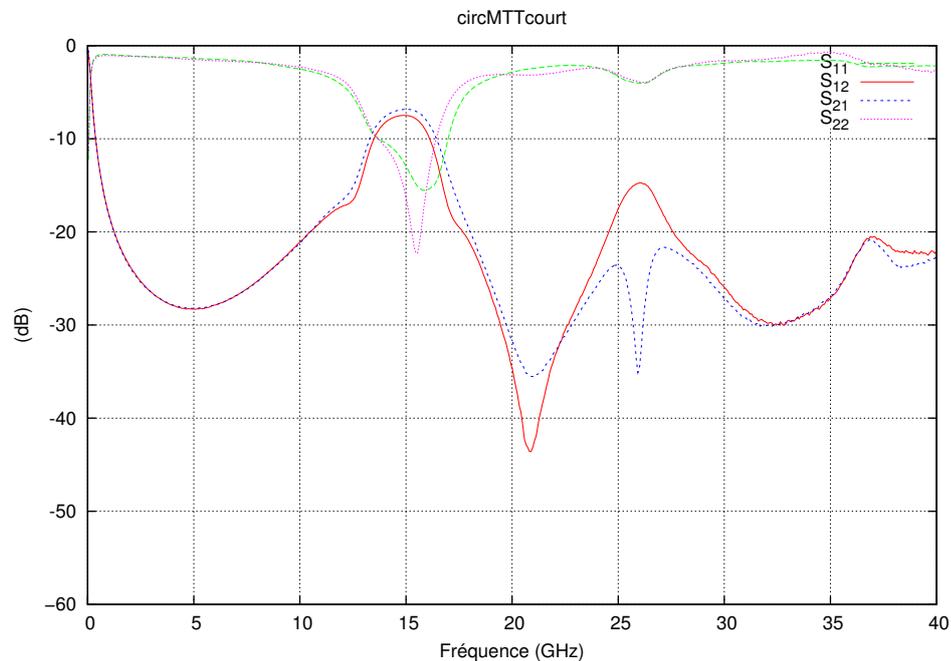


FIG. 4.22: Mesure du circulateur (UCL Co) publié dans [89]. Les lignes d'accès ont été raccourcies entre les deux mesures, ce qui explique une réduction des pertes sur cette nouvelle mesure.

4.5.4.3.2 Ferrite M10 sous Triangle1.0 L'intégration du ferrite M10 au dispositif Triangle1.0 permet d'observer un effet non-réciproque à champ nul après exposition à un champ magnétique (figure 4.23). Cela indique une anisotropie magnétocristalline uniaxiale selon l'axe du disque, sans laquelle il n'est pas possible d'obtenir un effet rémanent pour un disque (comme vu en 1.1.10).

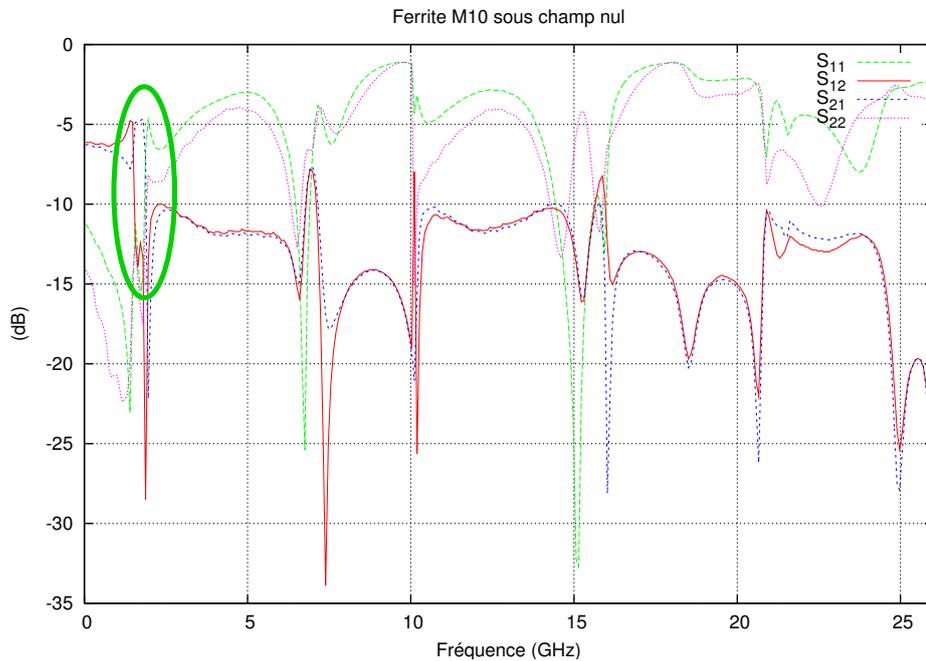


FIG. 4.23: Mesure du ferrite M10 à champ nul, après exposition à un champ magnétique. Un effet non-réciproque de plus de 5 dB est observable à 2 GHz.

4.5.4.4 Conclusion sur les mesures de dispositifs

Des effets non-réciproques d'origine magnétique sont observables sur des dispositifs à nanofils (tableau 4.3). Sur ces échantillons, un champ externe est requis avec le nickel, alors que le cobalt permet de s'en affranchir, et l'utilisation de la variante 2 de l'architecture du dispositif présentée figure 4.3 peut améliorer la non-réciprocité. L'obtention de l'effet non-réciproque ne peut être garantie a priori, ce qui s'explique par les problèmes de reproductibilité des échantillons : aucun effet non-réciproque n'a pu être observé sur les échantillons réalisés avec du polycarbonate semi-cristallin, les effets non-réciproques observés l'ont été sur des échantillons réalisés avec du polycarbonate amorphe.

L'effet non-réciproque observé sur des membranes minces est toujours faible, comme l'illustre la figure 4.24 représentant les résultats publiés dans [89] en échelle linéaire. Cette figure met en évidence un effet non-réciproque visible sur le premier mode à 15 GHz, et un très faible effet non-réciproque à 26 GHz. L'effet non-réciproque le plus facilement exploitable est celui pour lequel les pertes d'insertion sont les plus faibles, et non pas forcément celui qui présente la plus forte isolation : un paramètre S_{ij} extrêmement faible pour un S_{ji} égal à 0 (en échelle linéaire) entraîne une isolation très forte en

décibels, mais qui demeure inexploitable vu la faiblesse du S_{ij} . Au contraire, une faible isolation associée à des pertes nulles (0 dB) permet d'envisager des dispositifs placés en série, ce qui permet d'augmenter l'isolation tout en conservant le niveau du signal utile.

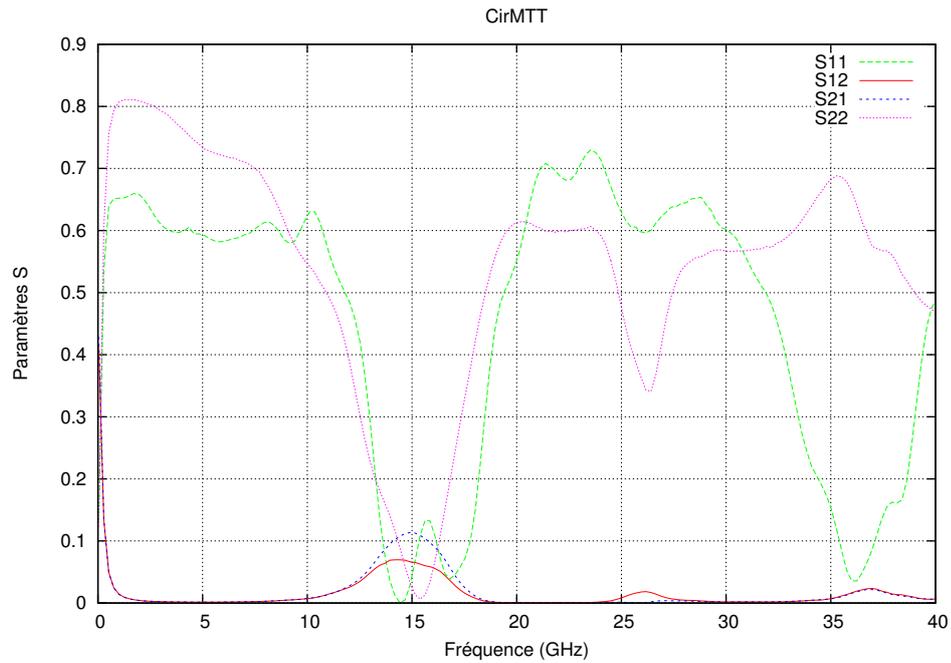


FIG. 4.24: Tracé en linéaire des paramètres S_{ij} des mesures publiées par [89], d'après [89].

Malgré les problèmes liés aux matériaux mis en évidence en (4.5.1), l'observation d'effet non-réciproque est cependant possible, ce qui permet d'espérer des pertes d'insertion inférieures à 10 dB dès que la technologie de fabrication (telle que celle décrite en 2.2.1) du matériau sera reproductible.

Dispositif de mesure	Wiltron UTF		Triangle1.0	
	$H > 0$	$H = 0$	$H > 0$	$H = 0$
Ferrite M10	–	–	Oui	Oui
UCL Co [89]	Oui	Oui	–	–
YIG101	–	–	Oui	Non
UCL Ni	Oui	Non	–	–
Membrane NanoPTT Ni, tri-couche (Variante 2 figure 4.3)	–	–	Oui	Non
Ni 2005	–	–	Non	Non
UCL Vide	Non	Non	–	–

TAB. 4.3: Synthèse des mesures de dispositifs : un effet non-réciproque a-t-il pu être observé ?

4.6 Conclusions sur les dispositifs de type circulateur à membranes chargées de nanofils magnétiques

Nous avons proposé un modèle de ferrite équivalent, permettant d'appliquer les outils classiques des ferrites aux membranes chargées de nanofils magnétiques. Nous avons montré le rôle majeur des pertes conducteurs, proposé de nouvelles architectures permettant de réduire les pertes d'insertion. Nous avons validé le modèle de ferrite équivalent en comparant les résultats de simulations numériques aux mesures, avant de simuler de nouvelles géométries. Enfin, nous avons conçu et réalisé un dispositif de mesure permettant de comparer les résultats obtenus avec différentes géométries, et nous avons mesuré des membranes chargées de nanofils avec ce dispositif. Un effet non-réciproque sous champ a pu être observé, et la pertinence d'une géométrie proposée a été vérifiée.

Les performances de ces dispositifs sont aujourd'hui limitées par les pertes conducteurs : une épaisseur au moins cinq fois plus importante que l'épaisseur des membranes disponibles à ce jour (21 microns) serait souhaitable si l'on souhaite pouvoir utiliser les dispositifs non-réciproques à membranes chargées de nanofils métalliques magnétiques. Un tel matériau pourra alors être intégré à des dispositifs simulés et optimisés de la même façon que les dispositifs à ferrite.

Pour un volume identique, l'effet magnétique des ferrites $\frac{\kappa}{\mu}$ à distance donnée de la résonance ferromagnétique demeure plus fort que celui d'une membrane chargée de nanofils métalliques magnétiques (le moment magné-

tique équivalent de membranes chargées de 3% de cobalt est quatre fois plus faible que celui d'un ferrite de YIG). La fréquence de résonance ferromagnétique des membranes chargées de nanofils est cependant plus élevée que celle des ferrites, ce qui fait des membranes chargées un matériau de choix pour les applications à des fréquences supérieures à la bande X, pour autant que l'épaisseur de membranes soit suffisamment grande. La constante diélectrique ϵ' des membranes chargées étant trois fois plus faible que celle des ferrites, l'utilisation des membranes à des fréquences plus hautes que celles typiquement utilisées avec les ferrites est d'autant plus pertinente.

Chapitre 5

Limites du matériau étudié et perspectives technologiques

Nous avons tout d'abord étudié les méthodes de mesures afin de caractériser les membranes chargées de nanofils métalliques magnétiques orientés en vue de leur intégration dans un dispositif non-réciproque. Nous avons quantifié les facteurs de pertes et proposé des solutions pour les réduire, au niveau du matériau et au niveau de l'architecture de dispositif. Nous avons proposé et validé une méthode de simulation numérique de ces dispositifs grâce à l'introduction d'un matériau ferrite équivalent. Enfin, nous avons pu mettre en pratique certaines des solutions proposées et leur pertinence a été confirmée par nos mesures.

Dans ce dernier chapitre, nous rappelons les principaux résultats obtenus, et pour conclure ces travaux nous précisons les limites actuelles des circulateurs à membranes chargées de nanofils magnétiques, et donnons les pistes à suivre pour améliorer ces dispositifs, en présentant des technologies possibles pour dépasser les limites de la technologie actuelle.

5.1 Rappels des principaux résultats

Les méthodes de caractérisation des propriétés diélectriques ont été analysées. Les méthodes les plus pertinentes ont été appliquées aux membranes étudiées. Une méthode de mesure d'impédance (LCR) permet d'obtenir la constante diélectrique des membranes chargées, tandis que les pertes diélectriques sont mesurées en cavité sur des membranes vides : les pertes du polycarbonate ($\tan \delta = 0,005$) sont plus faibles que celles de tous les autres matériaux envisagés pour la réalisation de membranes (polyimide, PVDF) à l'exception du R/flex3600. Ce dernier matériau ne permet cependant pas de

réaliser des membranes nanoporeuses avec la technologie actuelle, ce qui nous a conduit à conserver le polycarbonate comme matériau des membranes. En supposant isotrope le polycarbonate des membranes vides d'un point de vue diélectrique, nous avons montré que les différents traitements chimiques subis par une membrane de polycarbonate au cours du processus de fabrication des nanofils ne modifient pas significativement les propriétés diélectriques de celle-ci. Nous avons évalué l'influence des nanofils sur les pertes diélectriques des membranes chargées, et avons déduit qu'à des fréquences inférieures au térahertz, la présence de nanofils non remplis ne modifie pas significativement les pertes diélectriques de la membrane.

Nous avons montré que la qualité des échantillons de membranes de cobalt disponibles n'était pas satisfaisante, ce qui nous a conduit à étudier d'autres métaux et alliages magnétiques afin d'améliorer la reproductibilité, principalement le nickel et l'alliage de Permalloy $Ni_{80}Fe_{20}$.

Nous avons vérifié que les valeurs de pertes magnétiques, qu'elles soient obtenues par les méthodes de mesure habituellement utilisées pour caractériser les ferrites, ou par les méthodes de mesure habituellement utilisées pour caractériser les couches minces, sont comparables. Les résultats obtenus par une méthode de type "couche mince" sur une membrane chargée peuvent donc être directement confrontés aux résultats obtenus par une méthode de caractérisation classique des ferrites sur un matériau ferrite de référence.

Nous avons observé que le spectre d'absorption magnétique d'un nanofil isolé présente des pics significativement plus fins que la largeur de raie de la résonance ferromagnétique d'une membrane chargée d'un grand nombre de nanofils. À partir de l'observation de la distribution des nanofils dans la membrane, et à l'aide de simulations analytiques et micromagnétiques, nous avons montré le rôle majeur des couplages dipolaires sur les propriétés magnétiques des membranes. Nous en avons déduit que garantir une distance minimale entre nanofils pourrait permettre de réduire les pertes magnétiques d'un facteur dix par rapport à une membrane dont la répartition des fils est aléatoire.

Nous avons calculé la contribution relative des pertes conducteurs aux pertes d'insertion d'un dispositif à membrane de nanofils. Cette contribution est inversement proportionnelle à l'épaisseur de diélectrique entre les plans conducteurs. Dans le cas des membranes de 21 microns considérées, les pertes conducteurs constituent le premier facteur de pertes des dispositifs non-réciproques. L'augmentation de l'épaisseur permet de réduire ces pertes et ainsi de favoriser la possibilité d'un effet non-réciproque, comme nous l'avons mesuré.

Afin d'appliquer aux dispositifs non-réciproques à membranes de nanofils les outils et techniques des ferrites, nous avons introduit un matériau

équivalent. Les résultats de simulations numériques obtenus avec ce matériau équivalent sont en bon accord avec les mesures, ce qui nous a permis de valider cette approche. Appliquant les outils disponibles pour les ferrites à ce matériau équivalent, nous avons pu quantifier les contributions des différents facteurs de pertes aux pertes d'insertion des dispositifs : sur le dispositif considéré [89], les pertes conducteurs sont dix fois plus importantes que les pertes magnétiques et diélectriques.

Nous avons proposé plusieurs solutions, afin de réduire les pertes conducteurs, puis les pertes magnétiques, et enfin les pertes diélectriques. Nous avons conçu un dispositif de test nous permettant de mesurer l'apport de certaines de ces solutions. Les techniques de réalisation disponibles ne permettant pas encore de mettre en oeuvre toutes les solutions envisagées, nous avons alors eu recours à la simulation. Les mesures et simulations ont validé les solutions envisagées.

5.2 Limites des circulateurs à membranes chargées de nanofils magnétiques

Les pertes d'insertion d'un dispositif non-réciproque doivent pouvoir être inférieures à 3 dB pour que le dispositif présente un intérêt. Dans le cas contraire, d'autres solutions technologiques seront privilégiées (telles que les coupleurs hybrides).

Nous avons montré que la contribution des pertes conducteurs aux pertes d'insertion est le problème majeur de ces dispositifs (4.2.3). Ce problème peut cependant être résolu par l'empilement de membranes (4.3.1.1), ou l'adaptation du procédé actuel à des membranes plus épaisses. Les pertes magnétiques sont le deuxième facteur de pertes d'insertion. Nous avons proposé une solution permettant de les réduire significativement (3.2.3.5) mais la technologie actuelle de réalisation des membranes chargées ne permet pas de mettre en oeuvre cette solution. La reproductibilité et l'homogénéité des échantillons est le second problème majeur des membranes actuelles (4.5.1) : il n'est pas envisageable d'optimiser efficacement l'architecture d'un dispositif si la dispersion sur les caractéristiques du matériau est significative d'un échantillon à l'autre. Ce point résulte de l'utilisation d'un rouleau de polycarbonate non amorphe par POLY : la reproductibilité et l'homogénéité doivent à présent être étudiées sur les échantillons issus de rouleaux de polycarbonate amorphe. La technologie doit permettre de créer des échantillons possédant des propriétés identiques d'un lot à un autre.

Les limites du matériau actuel peuvent donc être dépassées, mais la technologie disponible aujourd'hui ne permet pas d'apporter toutes les améliorations souhaitées. Dans la suite de dernier chapitre, nous proposons d'autres technologies susceptibles d'aboutir à des membranes chargées de nanofils présentant les qualités souhaitées.

En supposant que les améliorations proposées puissent être concrétisées, les points à prendre en compte pour la réalisation d'un circulateur à nanofils sont les suivants :

- l'épaisseur totale de membrane doit être au moins égale à 100 microns afin de réduire la contribution des pertes conducteurs à un niveau compatible avec les performances minimales d'un dispositif non-réciproque.
- la densité de métal ne peut être trop importante si l'on souhaite conserver un fort moment à la rémanence.
- l'effet magnétique est alors faible, et incite à fonctionner au plus près de la résonance ferromagnétique.
- pour se rapprocher de la résonance ferromagnétique, il est souhaitable de diminuer les pertes magnétiques, et donc de garantir une distance minimale entre nanofils (de l'ordre de trois diamètres entre les axes de deux nanofils voisins par exemple).
- les fréquences de fonctionnement supérieures à la bande X sont particulièrement favorables aux circulateurs à nanofils.
- les pertes diélectriques peuvent devenir le premier facteur de pertes de membranes épaisses et pour lesquelles une distance minimale entre nanofils est garantie. Une architecture permettant de réduire la contribution des pertes diélectriques peut alors être appliquée pour accroître les performances des dispositifs.

Pour des épaisseurs de l'ordre de 100 microns, sans garantir de distance entre nanofils ni réduire les pertes diélectriques, des pertes d'insertion de 3 dB peuvent être envisagées (soit $Q_0 \approx Q_L$) (4.2.3). Si toutes les améliorations suggérées sont mises en oeuvre, des pertes significativement plus faibles peuvent être obtenues, ce qui rend alors le choix de dispositifs à nanofils pertinents pour les applications.

5.3 Procédés matériaux alternatifs pour un circulateur à base de membranes chargées de nanofils magnétiques

Les limites évoquées au paragraphe précédent nous incitent à envisager d'autres technologies, permettant une meilleure reproductibilité, un contrôle de la répartition des nanofils, des épaisseurs de matériau plus importantes.

Les échantillons étudiés au cours de cette thèse ont été réalisés par électrodéposition de membranes irradiées. La méthode d'irradiation génère des nanopores répartis aléatoirement, cette répartition ne peut être contrôlée simplement. Les problèmes de reproductibilité rencontrés encouragent par ailleurs à utiliser un procédé moins sensible aux conditions de traitements. Nous présentons ici des pistes de recherche susceptibles de déboucher sur de nouvelles technologies de réalisation de substrats diélectrique incorporant des nanofils métalliques magnétiques orientés, en garantissant une distance minimale entre nanofil, et une répartition périodique ou pseudopériodique des nanofils.

5.3.1 Remplissage d'alumines nanoporeuses

Des alumines poreuses sont envisageables afin de remplacer les membranes de polymères. L'oxydation anodique d'un film d'aluminium conduit à la formation spontanée d'un réseau quasi-régulier de nanopores, qui peuvent alors être remplis par électrodéposition. La densité de pores est imposée par la physique du procédé, et le diamètre de pores peut être ajusté par les conditions d'oxydation.

Les pores sont répartis selon un réseau périodique hexagonal et sont mieux orientés que dans les membranes. Les densités de pores sont cependant élevées, ce qui crée des problèmes de couplages forts entre nanofils et de pénétration de l'onde hyperfréquence dans le matériau. Il est possible de diminuer la densité de pores à remplir en utilisant un masque obtenu par lithographie électronique par dessus l'alumine nanoporeuse [109], mais on perd alors la rapidité et le bas coût de la technique énoncée plus haut. Enfin, les épaisseurs d'alumine obtenues sont généralement de l'ordre d'un à deux microns, alors que la technique d'irradiation de membranes polymères permet d'atteindre 20 microns : les nanofils sont plus alors plus hauts, et le rapport de forme est plus important. Toutefois, les dernières publications concernant les alumines laissent espérer pouvoir atteindre la dizaine de microns d'alumine [120], voire la centaine de microns pour des densités qui restent relativement faibles [63].

Le remplissage d'alumines nanoporeuses par des nanofils est déjà démontré [109]. Cette technologie est en cours d'évaluation au laboratoire.

5.3.2 Adaptation du procédé LIGA à l'échelle nanométrique.

Le procédé LIGA (*Lithographie-Galvanoformung und Abformung*) est utilisé habituellement pour générer des motifs micrométriques :

- un masque est réalisé par réplique d'un masque chrome (résolution jusqu'à $2\ \mu\text{m}$ environ) ou par lithographie électronique (résolution jusqu'à $0,5\ \mu\text{m}$ environ)
- le motif du masque est transféré sur un polymère photosensible par lithographie en rayons X, puis révélation chimique
- du métal est électrodéposé là où le polymère a été dissous par l'attaque chimique.
- le polymère subsistant est dissous, le métal précédemment déposé est conservé.

Le procédé est déjà utilisé pour la production de petites séries de pièces nécessitant un dimensionnement particulier et très précis (exemple : horlogerie, spectrométrie). Les performances standard sont les suivantes :

- le rapport entre épaisseur et taille de motif peut atteindre 70.
- les épaisseurs de motif peuvent être choisies entre quelques dizaines de microns et plusieurs millimètres.
- les dimensions du motif sont de l'ordre du micron.
- l'inclinaison des flancs est de l'ordre de 1 micron par millimètre.

La résolution micrométrique est insuffisante pour les nanofils souhaités, mais le procédé est toujours étudié, et les performances obtenues en laboratoire laissent attendre des motifs sub-microniques [1, 94].

Toutefois, pour réaliser des nanofils de 10 microns de haut avec une telle résolution, certains problèmes sont en cours d'étude au sein du laboratoire CNRS/Thales. Nous avons en effet lancé une étude sur l'adaptation du procédé LIGA à la réalisation de membranes de polymère chargées de nanofils métalliques orientés et disposés selon une distribution contrôlée dans la membrane. Afin d'obtenir les tailles de motifs inférieures au micron et des hauteurs proches de la dizaine de microns, un procédé à masques primaire et secondaire est en cours d'étude par l'équipe LIGA du laboratoire CNRS/Thales. Nous avons défini les paramètres souhaités pour le matériau, et nous avons pu discuter avec cette équipe des différentes solutions techniques envisageables. Ces solutions n'ont pas encore été mises en oeuvre à notre connaissance, et soulèvent des problèmes technologiques que nous nous attachons aujourd'hui à

résoudre ensemble. Si cette démarche aboutit, le procédé LIGA pourrait alors être appliqué à une gamme plus large d'objets, et les retombées dépasseraient largement le cadre des membranes destinées aux dispositifs non-réciproques. L'irradiation d'une membrane ne prendrait alors que quelques minutes, au lieu de 11 jours par centimètre carré si l'on envoie des ions un par un pour irradier la membrane (paragraphe 2.2.1.1).

5.3.3 P-Beam

L'écriture de motifs par faisceau d'ions, inspirée de la lithographie électronique, est une technologie en développement. Elle permet une d'écrire jusqu'à 100 fois plus vite qu'en lithographie électronique, et peut s'appliquer jusqu'à des motifs de 60 nm usinés sur plusieurs microns de profondeur [113]. Cette technologie peut difficilement créer directement les nanopores des membranes pour un coût et temps raisonnables, mais pourrait être utilisée pour la réalisation des masques primaires dans le procédé LIGA : cette solution doit encore être examinée en détail.

5.3.4 Block-copolymer

Le mélange de polymères de natures différentes (de type polystyrène / polyméthacrylate de méthyle) peut générer des structures auto-organisées, en particulier des nanocylindres orientés et répartis selon une distribution quasi-périodique [62].

Des nanofils de cobalt de 500 nm de long, orientés ont déjà été déposés dans des structures polymères auto-organisées, mais la densité de nanofil est très importante : une distance entre nanofils de 21,8 nm pour un diamètre de 11 nm, soit $P > 0,2$ [10]. Afin d'être utilisables comme substrat de dispositifs non-réciproques autopolarisés, la densité doit pouvoir être rendue inférieure à $P = 0,05$. Dans le même but, l'épaisseur de membrane à nanofils obtenue doit également être augmentée, soit par empilement de plusieurs membranes, soit par des membranes plus épaisses. Les structures polymères auto-organisées font l'objet d'études dans le cadre du projet européen *Napolyde*.

5.4 Conclusion générale sur les circulateurs à nanofils métalliques magnétiques orientés

En l'état actuel de la technologie, les membranes à nanofils ont permis de mettre en évidence des effets non-réciproques sur des dispositifs autopolarisés. Les pertes d'insertion sont cependant très élevées, et les conditions de

circulation ne peuvent être parfaitement remplies. De nouvelles architectures permettraient d'atteindre des performances proches des spécifications minimales visées (3 dB de pertes d'insertion), et des performances supérieures sont envisageables en appliquant les améliorations proposées dans cette thèse. Afin de mettre en oeuvre ces améliorations, un changement de technologie peut s'avérer nécessaire. Plusieurs technologies candidates à la réalisation de membranes de nanofils existent, et font l'objet d'études déjà commencées dans cet objectif pour certaines d'entre elles. Elles permettraient, une fois matures, de concevoir des dispositifs aux performances compatibles avec les besoins des applications.

Références bibliographiques

- [1] S. ACHENBACH : Deep sub micron high aspect ratio polymer structures produced by hard x-ray lithography. *Microsystem Technologies*, 10(6): 493–497, 2004.
- [2] AGILENT CORPORATION : 4291B RF IMPEDANCE/MATERIAL ANALYZER OPERATION MANUAL : http://www.home.agilent.com/agilent/redirector.jsp?action=ref&cc=CA&lc=fr&ckey=1000002186-1%3Aeps%3Aman&cname=AGILENT_EDITORIAL.
- [3] Jean-François ALLAËYS : Brevet français 05 04075 : Circulateur hyperfréquence à surface optimale de nanofils, nov 2006.
- [4] Jean-François ALLAËYS, Andreï LEKSIKOV, Jean-Claude MAGE, Vladimir NALETOV et Olivier KLEIN : Largeur du spectre d'absorption d'une collection non périodique de nanofils magnétiques. *In Proc. Colloque Louis Néel 2007*, page Poster N1, Lyon, France, mars 14–16, 2007.
- [5] Jean-François ALLAËYS et Jean-Claude MAGE : Numerical modelling of unbiased microstrip circulators based on magnetic nanowired substrate : Use of a ferrite-equivalent model. *Microwave Symposium, 2007. IEEE/MTT-S International*, pages 703–706, 2007.
- [6] Jean-François ALLAËYS, Bruno MARCILHAC et Jean-Claude MAGE : Influence of track-etching on polycarbonate membrane permittivity. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 40(12):3714–3717, 2007.
- [7] American Society for Testing and Materials. *Standard Test Methods for Complex Permittivity (Dielectric Constant) of Solid Electrical Insulating Materials at Microwave Frequencies and Temperatures to 1650° C. Test Method B : Resonant Cavity Perturbation Technique*, 2001.
- [8] B.A. AULD : The synthesis of symmetrical waveguide circulators. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 7(2):238–246, 1959.

- [9] J. BAKER-JARVIS, R.G. GEYER, Jr. GROSVENOR, J.H., M.D. JANEZIC, C.A. JONES, B. RIDDLE, C.M. WEIL et J. KRUPKA : Dielectric characterization of low-loss materials a comparison of techniques. *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on [see also Electrical Insulation, IEEE Transactions on]*, 5(4):571–577, 1998.
- [10] M. BAL, A. URSACHE, M. T. TUOMINEN, J. T. GOLDBACH et T. P. RUSSELL : Nanofabrication of integrated magnetoelectronic devices using patterned self-assembled copolymer templates. *Applied Physics Letters*, 81(18):3479–3481, 2002.
- [11] E. BENEVENT, V. LARREY, D. VINCENT et A.S. DEHLINGER : Losses' origins in a 40 GHz stripline circulator with 10 μm thick barium hexagonal ferrite films. *Microwave Conference, 2006. 36th European*, pages 208–211, 2006.
- [12] S. M. BHAGAT et P. LUBITZ : Temperature variation of ferromagnetic relaxation in the 3d transition metals. *Phys. Rev. B*, 10(1):179–185, Jul 1974.
- [13] H. BOSMA : On stripline Y-circulation at UHF. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 12(1):61–72, 1964.
- [14] Christian BROSSEAU, Stephane MALLEGOL, Patrick QUEFFELEC et Jamal Ben YOUSSEF : Nonreciprocal electromagnetic properties of nanocomposites at microwave frequencies. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, 70(9):092401, 2004.
- [15] Christian BROSSEAU, Stephane MALLEGOL, Patrick QUEFFELEC et Jamal Ben YOUSSEF : Electromagnetism and magnetization in granular two-phase nanocomposites : A comparative microwave study. *Journal of Applied Physics*, 101(3):034301, 2007.
- [16] H. J. BUTTERWECK : Der y-zirkulator. *Archiv der Elektrischen Uebertragung*, 17:163–176, 1963.
- [17] G. CARCHON et B. NANWELAERS : Power and noise limitations of active circulators. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 48(2):316–319, 2000.
- [18] Liviu CLIME, Petru CIUREANU et Arthur YELON : Magnetostatic interactions in dense nanowire arrays. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 297(1):60–70, 2006.

-
- [19] Vera V. DANIEL : *Dielectric Relaxation*. Academic Press, London, 1967.
- [20] M. DARQUES, L. PIRAUX et A. ENCINAS : Influence of the diameter and growth conditions on the magnetic properties of cobalt nanowires. *Magnetics, IEEE Transactions on*, 41(10):3415–3417, 2005.
- [21] M. DARQUES, L. PIRAUX, A. ENCINAS, P. BAYLE-GUILLEMAUD, A. POPA et U. EBELS : Electrochemical control and selection of the structural and magnetic properties of cobalt nanowires. *Applied Physics Letters*, 86(7):072508, 2005.
- [22] Michaël DARQUES, Armando ENCINAS, Laurent VILA et Luc PIRAUX : Controlled changes in the microstructure and magnetic anisotropy in arrays of electrodeposited Co nanowires induced by the solution pH. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 37(10):1411–1416, 2004.
- [23] Michaël DARQUES, Armando ENCINAS, Laurent VILA et Luc PIRAUX : Tailoring of the c -axis orientation and magnetic anisotropy in electrodeposited Co nanowires. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 16(22):S2279–S2286, 2004.
- [24] Laurence DAUGINET-DE PRA, Etienne FERAIN, Roger LEGRAS et Sophie DEMOUSTIER-CHAMPAGNE : Fabrication of a new generation of track-etched templates and their use for the synthesis of metallic and organic nanostructures. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 196(1-2):81–88, 2002.
- [25] E. DENLINGER, R. PAGLIONE, D. KALOKITIS, E. BELOHOUBEK, A. PIQUE, X.D. WU, T. VENKATESAN, A. FATHY, V. PENDRICK, S. GREEN et S. MATHEWS : Superconducting nonreciprocal devices for microwave systems. *Microwave and Guided Wave Letters, IEEE [see also IEEE Microwave and Wireless Components Letters]*, 2(11):449–451, 1992.
- [26] G.F. DIONNE, D.E. OATES, D.H. TEMME et J.A. WEISS : Ferrite-superconductor devices for advanced microwave applications. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 44(7):1361–1368, 1996.
- [27] Etienne du Tremolet de LACHEISSERIE : *Magnétisme : Fondements*. Presses Universitaires de Grenoble, Grenoble, 1999.
-

- [28] Sonia DUGUEY : *Étude du cofrittage de matériaux diélectriques et magnétiques pour composants passifs intégrés*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, France, à paraître 2007.
- [29] U. EBELS, J. L. DUVAIL, P. E. WIGEN, L. PIRAUX, L. D. BUDA et K. OUNADJELA : Ferromagnetic resonance studies of Ni nanowire arrays. *Phys. Rev. B*, 64(14):144421, Sep 2001.
- [30] Armando ENCINAS, Marc DEMAND, Laurent VILA, Luc PIRAUX et Isabelle HUYNEN : Tunable remanent state resonance frequency in arrays of magnetic nanowires. *Applied Physics Letters*, 81(11):2032–2034, 2002.
- [31] A. ENCINAS-OROPESA, M. DEMAND, L. PIRAUX, U. EBELS et I. HUYNEN : Effect of dipolar interactions on the ferromagnetic resonance properties in arrays of magnetic nanowires. volume 89, pages 6704–6706. AIP, 2001.
- [32] A. ENCINAS-OROPESA, M. DEMAND, L. PIRAUX, I. HUYNEN et U. EBELS : Dipolar interactions in arrays of nickel nanowires studied by ferromagnetic resonance. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, 63(10):104415, 2001.
- [33] C.E. FAY et R.L. COMSTOCK : Operation of the ferrite junction circulator. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 13(1):15–27, 1965.
- [34] E. FERAIN et R. LEGRAS : Characterisation of nanoporous particle track etched membrane. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 131(1-4):97–102, 1997.
- [35] E. FERAIN et R. LEGRAS : Pore shape control in nanoporous particle track etched membrane. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 174(1-2):116–122, 2001.
- [36] E. FERAIN et R. LEGRAS : Track-etch templates designed for micro- and nanofabrication. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 208:115–122, 2003.

-
- [37] Etienne FERAIN *et al.* : Periodic activity report, second twelve months. Rapport technique, Nanotemplates Streps Project NMP-CT-2004-505955, 9 2006.
- [38] Etienne FERAIN, Roger LEGRAS et Henri HANOT : International patent PCT/EP2000/0137407 : Method for creating pores and microporous film, 2001.
- [39] R. FERRÉ, K. OUNADJELA, J. M. GEORGE, L. PIRAUX et S. DUBOIS : Magnetization processes in nickel and cobalt electrodeposited nanowires. *Phys. Rev. B*, 56(21):14066–14075, Dec 1997.
- [40] B. E. FISCHER, M. HEISS et M. CHOLEWA : About the art to shoot with single ions. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 210:285–291, 2003.
- [41] G. FORTERRE : Les matériaux ferrites et leurs applications en hyperfréquence. *L'onde électrique*, 71(1):37–47, Janvier-Février 1991.
- [42] Y. FUJITA, T. MATSUNAGA, C. KATO, T. KONOIDE et K. TOMONO : Low temperature sintering of Cu-substituted YIG. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 49(2):95–99, 2001.
- [43] T.L. GILBERT : A phenomenological theory of damping in ferromagnetic materials. *Magnetics, IEEE Transactions on*, 40(6):3443–3449, 2004.
- [44] G. GOGLIO, S. PIGNARD, A. RADULESCU, L. PIRAUX, I. HUYNEN, D. VANHOENACKER et A. VANDER VORST : Microwave properties of metallic nanowires. *Applied Physics Letters*, 75(12):1769–1771, 1999.
- [45] J.J. GREEN et F. SANDY : Microwave characterization of partially magnetized ferrites. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 22(6):641–645, 1974.
- [46] Annaig GUENNOU, Patrick QUEFFELEC, Philippe GELIN et Jean Luc MATTEI : Self-biased Y-junction circulators using polycrystalline hexaferrite : An accurate electromagnetic analysis. volume 99, page 08P505. AIP, 2006.
- [47] Y. HENRY, A. IOVAN, J.-M. GEORGE et L. PIRAUX : Statistical analysis of the magnetization processes in arrays of electrodeposited ferromagnetic nanowires. *Phys. Rev. B*, 66(18):184430, Nov 2002.
-

- [48] Y. HENRY, K. OUNADJELA, L. PIRAUX, S. DUBOIS, J.-M. GEORGE et J.-L. DUVAIL : Magnetic anisotropy and domain patterns in electrodeposited cobalt nanowires. *The European Physical Journal B - Condensed Matter*, 20(1):35–54, 2001.
- [49] Conyers HERRING et Charles KITTEL : On the theory of spin waves in ferromagnetic media. *Phys. Rev.*, 81(5):869–880, Mar 1951.
- [50] Riccardo HERTEL : Computational micromagnetism of magnetization processes in nickel nanowires. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 249(1-2):251–256, 2002.
- [51] H. HOW, S.A. OLIVER, S.W. MCKNIGHT, P.M. ZAVRACKY, N.E. MCGRUER, C. VITTORIA et R. SCHMIDT : Theory and experiment of thin-film junction circulator. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 46(11):1645–1653, 1998.
- [52] H. HOW, R.G. SEED, C. VITTORIA, D.B. CHRISEY, J.S. HORWITZ, C. CAROSELLA et V. FOLEN : Microwave characteristics of high T_c superconducting coplanar waveguide resonator. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 40(8):1668–1673, 1992.
- [53] I. HUYNEN, G. GOGLIO, D. VANHOENACKER et A. VANDER VORST : A novel nanostructured microstrip device for tunable stopband filtering applications at microwaves. *Microwave and Guided Wave Letters, IEEE [see also IEEE Microwave and Wireless Components Letters]*, 9(10):401–403, 1999.
- [54] I. HUYNEN, C. STEUKERS et F. DUHAMEL : A wideband line-line dielectric method for liquids, soils, and planar substrates. *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, 50(5):1343–1348, 2001.
- [55] Michael Daniel JANEZIC : *Nondestructive Relative Permittivity and Loss Tangent Measurements Using a Split-Cylinder Resonator*. Thèse de doctorat, University of Colorado, 2003.
- [56] D. KAJFEZ et P. GUILLON : *Dielectric Resonators*. Artech House, Dedham, MA, 1986.
- [57] Charles KITTEL : *Introduction to Solid State Physics*. John Wiley and Sons, New York, fourth édition, 1971.

- [58] O. KLEIN, V. CHARBOIS, V. V. NALETTOV et C. FERMON : Measurement of the ferromagnetic relaxation in a micron-size sample. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, 67(22):220407, 2003.
- [59] Y. KONISHI : Lumped element Y circulator. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 13(6):852–864, 1965.
- [60] L.D. LAUDAU et E.M. LIFSHITZ : On the theory of the dispersion of magnetic permeability in ferromagnetic bodies. *Physikalische Zeitschrift der Sowjetunion*, 8:153–169, 1935.
- [61] B. LAX et K.J. BUTTON : *Microwave Ferrites and Ferromagnetics*. McGraw-Hill Book Co., New York, 1962.
- [62] Mingqi LI et Christopher K. OBER : Block copolymer patterns and templates. *Materials Today*, 9(9):30–39, 2006.
- [63] Yanbo LI, Maojun ZHENG, Li MA et Wenzhong SHEN : Fabrication of highly ordered nanoporous alumina films by stable high-field anodization. *Nanotechnology*, 17(20):5101–5105, 2006.
- [64] Jiu Rong LIU, Masahiro ITOH, Takashi HORIKAWA, Ken ichi MACHIDA, Satoshi SUGIMOTO et Toru MAEDA : Gigahertz range electromagnetic wave absorbers made of amorphous-carbon-based magnetic nanocomposites. *Journal of Applied Physics*, 98(5):054305, 2005.
- [65] Stéphane MALLÉGOL : *Caractérisation et Application de Matériaux Composites Nanostructurés à la Réalisation de Dispositifs Hyperfréquences Non Réciproques*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Occidentale, Brest, décembre 2003.
- [66] R.E. MATICK : *Transmission Lines for Digital and Communication Networks*. McGraw-Hill Book Co., New York, 1969.
- [67] T. MATSUNAGA, C. KATO, T. KONOIDE et K. TOMONO : Co-firing microwave ferrites with Au internal driving line conductors. In *Ferrites : Proceedings of the 8th International Conference on Ferrites (ICF 8)*, pages 936–938, Kyoto and Tokyo, Japan, 2000. Japan Society of Powder and Powder Metallurgy.
- [68] J. C. MAXWELL GARNETT : Colours in Metal Glasses and in Metallic Films. *Royal Society of London Philosophical Transactions Series A*, 203:385–420, 1904.
-

- [69] D. MERCIER, J.-C. S. LÉVY, G. VIAU, F. FIÉVET-VINCENT, F. FIÉVET, P. TONEGUZZO et O. ACHER : Magnetic resonance in spherical Co-Ni and Fe-Co-Ni particles. *Phys. Rev. B*, 62(1):532–544, Jul 2000.
- [70] T. MIURA : Design optimization of lumped element circulator based on inductance eigenvalue evaluation. *Microwave Symposium Digest, 2005 IEEE MTT-S International*, pages 4pp.–, 2005.
- [71] C.G. MONTGOMERY : *Techniques of Microwave Measurements*. McGraw-Hill Book Co., New York, 1947.
- [72] F. NASIRPOURI, P. SOUTHERN, M. GHORBANI, A. IRAJI ZAD et W. SCHWARZACHER : Gmr in multilayered nanowires electrodeposited in track-etched polyester and polycarbonate membranes. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 308(1):35–39, 2007.
- [73] R.E. NEIDERT et P.M. PHILLIPS : Losses in Y-junction stripline and microstrip ferrite circulators. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 41(6):1081–1086, 1993.
- [74] S.A. OLIVER, P. SHI, N.E. MCGRUE, C. VITTORIA, W. HU, H. HOW, S.W. MCKNIGHT et P.M. ZAVRACKY : Integrated self-biased hexaferrite microstrip circulators for millimeter-wavelength applications. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 49(2):385–387, 2001.
- [75] J. A. OSBORN : Demagnetizing factors of the general ellipsoid. *Phys. Rev.*, 67(11-12):351–357, Jun 1945.
- [76] M. PARDAVI-HORVATH et L.J. SWARTZENDRUBER : Ferromagnetic resonance relaxation in reaction milled and annealed. *Magnetics, IEEE Transactions on*, 35(5):3502–3504, 1999.
- [77] R. PERON, B. DELLA, G. CHUITON, Ch. PERSON et J.Ph. COUPEZ : A coplanar solution for the design and the integration of ferrite ultra-miniature lumped element circulators. *European Microwave Conference, 1999. 29th*, 3:375–378, 1999.
- [78] S. PIGNARD, G. GOGGIO, I. HUYNEN, A. RADULESCU et L. PIRAUX : Ferromagnetic resonance in submicron metallic wires. *Magnetics, IEEE Transactions on*, 36(5):3482–3484, 2000.
- [79] Ludovic PINIER : *Nouveaux grenats ferrimagnétiques à basse température de frittage pour applications micro-ondes*. Thèse de doctorat, École Polytechnique, France, décembre 2006.

-
- [80] L. PIRAUX, A. ENCINAS, L. VILA, S. MATEFI-TEMPFLI, M. MATEFI-TEMPFLI, M. DARQUES, F. ELHOSSINE et S. MICHOTTE : Magnetic and superconducting nanowires. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 5:372–389(18), March 2005.
- [81] L. PIRAUX, J. M. GEORGE, J. F. DESPRES, C. LEROY, E. FERAIN, R. LEGRAS, K. OUNADJELA et A. FERT : Giant magnetoresistance in magnetic multilayered nanowires. *Applied Physics Letters*, 65(19): 2484–2486, 1994.
- [82] W. PLATOW, A. N. ANISIMOV, G. L. DUNIFER, M. FARLE et K. BARBERSCHKE : Correlations between ferromagnetic-resonance linewidths and sample quality in the study of metallic ultrathin films. *Phys. Rev. B*, 58(9):5611–5621, Sep 1998.
- [83] D. POLDER : On the theory of ferromagnetic resonance. *Physica*, 15(1-2):253–255, 1949.
- [84] Cham Kiong QUECK et L.E. DAVIS : Broad-band three-port and four-port stripline ferrite coupled line circulators. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 52(2):625–632, 2004.
- [85] P. QUEFFELEC, D. BARIOU et P. GELIN : A predictive model for the permeability tensor of magnetized heterogeneous materials. *Magnetics, IEEE Transactions on*, 41(1):17–23, 2005.
- [86] B. RIDDLE, J. BAKER-JARVIS et J. KRUPKA : Complex permittivity measurements of common plastics over variable temperatures. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 51(3):727–733, 2003.
- [87] ROGERS CORPORATION, ADVANCED CIRCUIT MATERIALS DIVISION : http://www.rogerscorporation.com/cmu/pdf/rflex3000data_4page.pdf.
- [88] Aimad SAIB : *Modeling and Design of Microwave Devices based on Ferromagnetic Nanowires*. Thèse de doctorat, Université Catholique de Louvain, décembre 2004.
- [89] Aimad SAIB, Michaël DARQUES, Luc PIRAUX, Danielle VANHOENACKER-JANVIER et Isabelle HUYNEN : An unbiased integrated microstrip circulator based on magnetic nanowired substrate. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 53(6):2043–2048, 2005.
-

- [90] Aimad SAIB, Michaël DARQUES, Luc PIRAUX, Danielle VANHOENACKER-JANVIER et Isabelle HUYNEN : Unbiased microwave circulator based on ferromagnetic nanowires arrays of tunable magnetization state. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 38(16):2759–2763, 2005.
- [91] Aimad SAIB et Isabelle HUYNEN : Periodic metamaterials combining ferromagnetic nanowires and dielectric structures for planar circuits applications. *Electromagnetics*, 26(3-4):261–277, June 2006.
- [92] J. SANCHEZ-BARRIGA, M. LUCAS, G. RIVERO, P. MARIN et A. HERNANDO : Magneto-electrolysis of co nanowire arrays grown in a track-etched polycarbonate membrane. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 312(1):99–106, 2007.
- [93] Toshiifumi SATOH, Hirotaka FURUKAWA, Osamu INOUE, Takayuki TAKEUCHI, Kenji IJIMA et Koichi KUGIMIYA : European patent EP0737987 : Magnetic material for microwave and high-frequency circuit component using the same, 1996.
- [94] Andreas SCHMIDT, Gerhard HIMMELSBACH, Regina LUTTGE, Dieter ADAM, Falk HOKE, Hartmut SCHACKE, Nicola BELIC, Hans HARTMANN, Frank BURKHARD et Hermann WOLF : High precision mask fabrication for deep x-ray lithography using 40-kv shaped electron beam lithography. *Microelectronic Engineering*, 57-58:761–767, 2001.
- [95] Werner SCHOLZ, Josef FIDLER, Thomas SCHREFL, Dieter SUESS, Rok DITTRICH, Hermann FORSTER et Vassilios TSIANTOS : Scalable parallel micromagnetic solvers for magnetic nanostructures. *Computational Materials Science*, 28(2):366–383, 2003.
- [96] Ping SHI, H. HOW, Xu ZUO, S.D. YOON, S.A. OLIVER et C. VITTORIA : MMIC circulators using hexaferrites. *Magnetics, IEEE Transactions on*, 37(4):2389–2391, 2001.
- [97] A SIHVOLA et I V LINDELL : Homogenisation problems of mixtures involving non-isotropic constituent materials. *In Proceedings Bianisotropics'97*, pages 4pp.–, 1997.
- [98] Marshall SPARKS : *Ferromagnetic-relaxation theory*. McGraw-Hill Book Co., New York, 1964.

-
- [99] Judith SPIEGEL, Joaquin de la TORRE, Michaël DARQUES, Luc PIRAUX et Isabelle HUYNEN : Permittivity model for ferromagnetic nanowired substrate. *IEEE Microwave Wireless Compon. Lett.*, 17(7), 2007.
- [100] Judith SPIEGEL et Isabelle HUYNEN : Nanotemplates meeting, first twelve months. Rapport technique, Nanotemplates Streps Project NMP-CT-2004-505955, 9 2005.
- [101] E. C. STONER et E. P. WOHLFARTH : A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences (1934-1990)*, 240(826):599–642, 1948.
- [102] H. SUHL et L. R. WALKER : Topics in guided wave propagation through gyromagnetic media. *The Bell System Technical Journal*, 33(4):579–659, May 1954.
- [103] Shigeru TAKEDA, Yasushi KISHIMOTO, Hiroyuki ITOH, Kouji ICHIKAWA et Shuichi WATANABE : Us patent US6696901 : Concentrated constant irreciprocal device, feb 2004.
- [104] S. TANAKA, N. SHIMOMURA et K. OHTAKE : Active circulators—the realization of circulators using transistors. *Proceedings of the IEEE*, 53(3):260–267, 1965.
- [105] TEMEX CERAMICS : Microwave Ferrite Materials, http://www.temex-ceramics.com/site/fichier/TEM01_Ferrite.pdf, 2007.
- [106] M.A. TSANKOV, S.I. GANCHEV et L.G. MILENOVA : Higher-order mode waveguide circulators for millimeter wavelengths. *Magnetics, IEEE Transactions on*, 28(5):3228–3230, 1992.
- [107] L. VILA, L. PIRAUX, J. M. GEORGE et G. FAINI : Multiprobe magnetoresistance measurements on isolated magnetic nanowires. *Applied Physics Letters*, 80(20):3805–3807, 2002.
- [108] François VINCENT : *Synthèse et étude de l'hexaferrite de baryum BaFe₁₂O₁₉ pour utilisation aux ondes millimétriques*. Thèse de doctorat, Université des sciences et techniques du Languedoc, Montpellier, France, juillet 1984.
- [109] A VLAD, M MÁTÉFI-TEMPFLI, S FANIEL, V BAYOT, S MELINTE, L PIRAUX et S MÁTÉFI-TEMPFLI : Controlled growth of single
-

- nanowires within a supported alumina template. *Nanotechnology*, 17(19):4873–4876, 2006.
- [110] Marc VÉRITÉ : *Etude de dépôts de ferrite pour dispositifs intégrés micro-ondes non réciproques*. Thèse de doctorat, Université de Limoges, France, novembre 2002.
- [111] L. R. WALKER : Magnetostatic modes in ferromagnetic resonance. *Phys. Rev.*, 105(2):390–399, Jan 1957.
- [112] J.W. WANG, S.D. YOON, V.G. HARRIS, C. VITTORIA et N.X. SUN : Integrated metal magnetic film coupled line circulators for monolithic microwaveintegrated circuits. *Electronics Letters*, 43(5):49–50, 2007.
- [113] Frank WATT, Mark B.H. BREESE, Andrew A. BETTIOL et Jeroen A. van KAN : Proton beam writing. *Materials Today*, 10(6):20–29, 2007.
- [114] R. WEBER : Spin-wave resonance. *Magnetics, IEEE Transactions on*, 4(1):28–31, 1968.
- [115] J-E. WEGROWE, D. KELLY, A. FRANCK, S. E. GILBERT et J.-Ph. ANSERMET : Magnetoresistance of ferromagnetic nanowires. *Phys. Rev. Lett.*, 82(18):3681–3684, May 1999.
- [116] J.A. WEISS, N.G. WATSON et G.F. DIONNE : New uniaxial-ferrite millimeter-wave junction circulators. *Microwave Symposium Digest, 1989., IEEE MTT-S International*, pages 145–148vol.1, 1989.
- [117] W. WERNSDORFER, B. DOUDIN, D. MAILLY, K. HASSELBACH, A. BENOIT, J. MEIER, J. Ph. ANSERMET et B. BARBARA : Nucleation of magnetization reversal in individual nanosized nickel wires. *Phys. Rev. Lett.*, 77(9):1873–1876, Aug 1996.
- [118] W. WERNSDORFER, K. HASSELBACH, A. BENOIT, B. BARBARA, B. DOUDIN, J. MEIER, J.-Ph. ANSERMET et D. MAILLY : Measurements of magnetization switching in individual nickel nanowires. *Phys. Rev. B*, 55(17):11552–11559, May 1997.
- [119] E.P. WOHLFARTH : *Ferromagnetic materials : a handbook on the properties of magnetically ordered substances*. North-Holland Pub. Co., New York, 1980.
- [120] Qing-Feng ZHAN, Jian-Hua GAO, Ya-Qiong LIANG, Na-Li DI et Zhao-Hua CHENG : Dipolar interactions in arrays of iron nanowires studied

by mössbauer spectroscopy. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, 72(2):024428, 2005.

Annexe A

Compléments de calculs sur les circulateurs

A.1 Calculs intermédiaires sur l'hexapôle adapté sans perte

A.1.1 Matrice de dispersion unitaire

On peut rapidement démontrer que la matrice dispersion est unitaire.

On calcule tout d'abord l'image du premier vecteur de base par S :

$$\begin{pmatrix} \alpha \\ \beta \\ \gamma \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \alpha & \gamma & \beta \\ \beta & \alpha & \gamma \\ \gamma & \beta & \alpha \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

le système étant sans perte, on obtient alors $|\alpha|^2 + |\beta|^2 + |\gamma|^2 = 1$.

Si la matrice S est unitaire, alors \widetilde{S}^* est unitaire également. Le produit $S \cdot \widetilde{S}^*$ est également une matrice unitaire.

On calcule l'image du premier vecteur de base par cette matrice :

$$\begin{aligned} \begin{pmatrix} \alpha & \gamma & \beta \\ \beta & \alpha & \gamma \\ \gamma & \beta & \alpha \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \alpha^* & \beta^* & \gamma^* \\ \gamma^* & \alpha^* & \beta^* \\ \beta^* & \gamma^* & \alpha^* \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} &= \begin{pmatrix} \alpha & \gamma & \beta \\ \beta & \alpha & \gamma \\ \gamma & \beta & \alpha \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \alpha^* \\ \gamma^* \\ \beta^* \end{pmatrix} \\ &= \begin{pmatrix} \alpha \cdot \alpha^* + \beta \cdot \beta^* + \gamma \cdot \gamma^* \\ \alpha \cdot \gamma^* + \beta \cdot \alpha^* + \gamma \cdot \beta^* \\ \alpha \cdot \beta^* + \beta \cdot \gamma^* + \gamma \cdot \alpha^* \end{pmatrix} \\ &\text{or on a } |\alpha|^2 + |\beta|^2 + |\gamma|^2 = 1 \text{ d'où :} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
&= \begin{pmatrix} 1 \\ \alpha \cdot \gamma^* + \beta \cdot \alpha^* + \gamma \cdot \beta^* \\ \alpha \cdot \beta^* + \beta \cdot \gamma^* + \gamma \cdot \alpha^* \end{pmatrix} \\
&= \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \text{ car } S \cdot \widetilde{S}^* \text{ est unitaire}
\end{aligned}$$

On obtient alors directement les relations (1.50) et (1.51). Par symétrie, ou en travaillant avec les deux autres vecteurs de base, on peut démontrer que $S \cdot \widetilde{S}^* = I$.

A.2 Équations fondamentales utilisées

Soient les équations constitutives :

$$\vec{B} = \mu_0 \cdot \bar{\mu} \cdot \vec{H} \quad (\text{A.1})$$

$$\vec{D} = \epsilon_0 \cdot \bar{\epsilon} \cdot \vec{E} \quad (\text{A.2})$$

Dans le milieu magnétique, les relations de Maxwell sont vérifiées :

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (\text{A.3})$$

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{H} = \vec{J}_c + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad (\text{A.4})$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{E} = \rho \quad (\text{A.5})$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0 \quad (\text{A.6})$$

On suppose désormais que le matériau considéré (ferrite ou diélectrique) est isolant ($J_c = 0$), et ne comporte pas de charges électriques ($\rho = 0$). En appliquant les relations constitutives (A.1, A.2), et pour un champ d'excitation sinusoïdal, on obtient alors

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{E} = j \cdot \omega \cdot \mu_0 \cdot \bar{\mu} \cdot \vec{H} \quad (\text{A.7})$$

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{H} = -j \cdot \omega \cdot \epsilon_0 \cdot \bar{\epsilon} \cdot \vec{E} \quad (\text{A.8})$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{E} = 0 \quad (\text{A.9})$$

$$\vec{\nabla} \cdot \bar{\mu} \cdot \vec{H} = 0 \quad (\text{A.10})$$

et le tenseur de perméabilité pour un matériau saturé s'écrit en base ortho-normée :

$$\bar{\mu} = \begin{pmatrix} \mu & -j\kappa & 0 \\ j\kappa & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (\text{A.11})$$

Note : en coordonnées cylindriques, le rotationnel s'écrit :

$$\vec{\nabla} \wedge \vec{U} = \begin{pmatrix} \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial U_z}{\partial \phi} - \frac{\partial U_\phi}{\partial z} \\ \frac{\partial U_\rho}{\partial z} - \frac{\partial U_z}{\partial \rho} \\ \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial(\rho U_\phi)}{\partial \rho} - \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial U_\rho}{\partial \phi} \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z}$$

A.3 Obtention de l'équation de Helmholtz

En supposant que les champs ne dépendent pas de z , et que le champ électrique s'écrit $E = E_z \cdot i_z$, et en écrivant $\bar{\mu}$ dans le repère ρ, ϕ, z (rotation du repère x, y, z selon l'axe z) :

$$\begin{aligned} \bar{\mu} &= \begin{pmatrix} \mu & -j\kappa & 0 \\ j\kappa & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}_{x, y, z} \\ &= \begin{pmatrix} \mu & -j\kappa & 0 \\ j\kappa & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z} \end{aligned}$$

avec

$$\bar{\mu}^{-1} = \begin{pmatrix} \frac{\mu}{\mu^2 - \kappa^2} & \frac{j\kappa}{\mu^2 - \kappa^2} & 0 \\ \frac{-j\kappa}{\mu^2 - \kappa^2} & \frac{\mu}{\mu^2 - \kappa^2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z}$$

on obtient d'après l'équation (A.7) et en posant $\mu_{eff} = \frac{\mu^2 - \kappa^2}{\mu}$:

$$\begin{aligned} \begin{pmatrix} \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial E_z}{\partial \phi} \\ -\frac{\partial E_z}{\partial \rho} \\ 0 \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z} &= j \cdot \omega \cdot \mu_0 \cdot \bar{\mu} \cdot \begin{pmatrix} H_\rho \\ H_\phi \\ H_z \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z} \\ \begin{pmatrix} H_\rho \\ H_\phi \\ H_z \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z} &= \frac{1}{j \cdot \omega \cdot \mu_0} \cdot \bar{\mu}^{-1} \cdot \begin{pmatrix} \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial E_z}{\partial \phi} \\ -\frac{\partial E_z}{\partial \rho} \\ 0 \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z} \\ \begin{pmatrix} H_\rho \\ H_\phi \\ H_z \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z} &= \frac{1}{j \cdot \omega \cdot \mu_0} \begin{pmatrix} \frac{1}{\mu_{eff}} & \frac{1}{\mu_{eff}} \cdot \frac{j \cdot \kappa}{\mu} & 0 \\ \frac{1}{\mu_{eff}} \cdot \frac{-j \cdot \kappa}{\mu} & \frac{1}{\mu_{eff}} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z} \cdot \begin{pmatrix} \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial E_z}{\partial \phi} \\ -\frac{\partial E_z}{\partial \rho} \\ 0 \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z} \\ \begin{pmatrix} H_\rho \\ H_\phi \\ H_z \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z} &= \frac{1}{j \cdot \omega \cdot \mu_0 \cdot \mu_{eff}} \begin{pmatrix} \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial E_z}{\partial \phi} - j \cdot \frac{\kappa}{\mu} \cdot \frac{\partial E_z}{\partial \rho} \\ -\left(\frac{\partial E_z}{\partial \rho} + j \cdot \frac{\kappa}{\mu} \cdot \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial E_z}{\partial \phi} \right) \\ 0 \end{pmatrix}_{\rho, \phi, z} \quad (A.12) \end{aligned}$$

et en remplaçant les valeurs des composantes de H ainsi trouvées dans l'équation (A.8) on obtient alors, en posant $k^2 = \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot \epsilon \cdot \mu_{eff}$:

$$\begin{aligned} & \left(\begin{array}{c} -\frac{\partial H_\phi}{\partial z} \\ \frac{\partial H_\rho}{\partial z} \\ \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial(\rho \cdot H_\phi)}{\partial \rho} - \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial H_\rho}{\partial \phi} \end{array} \right)_{\rho, \phi, z} = -j \cdot \omega \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon \cdot \left(\begin{array}{c} 0 \\ 0 \\ E_z \end{array} \right)_{\rho, \phi, z} \\ & - \left(\frac{\partial^2 E_z}{\partial \rho^2} - j \frac{\kappa}{\mu} \cdot \frac{1}{\rho^2} \cdot \frac{\partial E_z}{\partial \phi} + j \frac{\kappa}{\mu} \cdot \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial^2 E_z}{\partial \rho \cdot \partial \phi} + \frac{1}{\rho} \left(\frac{\partial E_z}{\partial \rho} + j \frac{\kappa}{\mu} \cdot \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial E_z}{\partial \phi} \right) \right) \\ & \qquad \qquad \qquad - \frac{1}{\rho} \left(\frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial^2 E_z}{\partial \phi^2} - j \frac{\kappa}{\mu} \cdot \frac{\partial^2 E_z}{\partial \phi \cdot \partial \rho} \right) = k^2 E_z \\ & \qquad \qquad \qquad \frac{\partial^2 E_z}{\partial \rho^2} + \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial E_z}{\partial \rho} + \frac{1}{\rho^2} \cdot \frac{\partial^2 E_z}{\partial \phi^2} = -k^2 E_z \\ & \left(\frac{\partial^2}{\partial \rho^2} + \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial}{\partial \rho} + \frac{1}{\rho^2} \cdot \frac{\partial^2}{\partial \phi^2} + k^2 \right) E_z = 0 \end{aligned} \quad (\text{A.13})$$

En supposant que seul de l'air sépare les conducteurs (pas de diélectrique), on peut écrire l'expression de l'impédance du vide :

$$\zeta = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = 120\pi \Omega \quad (\text{A.14})$$

A ce stade du calcul, Bosma introduit des fonctions de Green, mais il est possible de poursuivre un peu plus loin le raisonnement sans y avoir recours, comme le font Fay et Comstock [33].

La solution générale de l'équation d'Helmholtz (A.13) est une série dont le terme général est (résultat mathématique classique)

$$E_{z,n}(r, \phi) = a_n \cdot J_n(k \cdot r) \cdot e^{i \cdot n \cdot \phi} \quad (\text{A.15})$$

où J_n est la n -ième fonction de Bessel. D'après (A.12) on en déduit :

$$H_{\phi,n}(r, \phi) = i \frac{a_n}{\zeta_{eff}} \left[J'_n(k \cdot r) - \frac{\kappa}{\mu} \cdot \frac{n \cdot J_n(k \cdot r)}{k \cdot r} \right] e^{i \cdot n \cdot \phi} \quad (\text{A.16})$$

soit encore

$$H_{\phi,n}(r, \phi) = i \frac{a_n}{\zeta_{eff}} \left[J_{n-1}(k \cdot r) - \left(1 + \frac{\kappa}{\mu} \right) \cdot \frac{n \cdot J_n(k \cdot r)}{k \cdot r} \right] e^{i \cdot n \cdot \phi} \quad (\text{A.17})$$

et

$$H_{\rho,n}(r, \phi) = -\frac{a_n}{\zeta_{eff}} \left[\frac{\kappa}{\mu} \cdot J'_n(k \cdot r) - \frac{n \cdot J_n(k \cdot r)}{k \cdot r} \right] e^{i \cdot n \cdot \phi}$$

soit encore

$$H_{\rho,n}(r, \phi) = -\frac{a_n}{\zeta_{eff}} \left[\frac{\kappa}{\mu} \cdot J_{n-1}(k \cdot r) - \left(1 + \frac{\kappa}{\mu}\right) \cdot \frac{n \cdot J_n(k \cdot r)}{k \cdot r} \right] e^{i \cdot n \cdot \phi}$$

où ζ_{eff} est l'impédance effective intrinsèque du matériau magnétique, définie par

$$\zeta_{eff} = \sqrt{\frac{\mu_0 \cdot \mu_{eff}}{\epsilon_0 \cdot \epsilon}} \quad (\text{A.18})$$

D'après A.15, la relation $J_{-n}(t) = (-1)^n J_n(t)$ implique que les modes d'indice n et $-n$ correspondent à des répartitions de champ similaires. Certains modes sont prépondérants selon les fréquences d'excitation du dispositif, et cette relation entre les modes n et $-n$ conduit à considérer la résultante de ces deux modes, comme le font Fay et Comstock. Ainsi au lieu d'écrire les solutions sous la forme (A.15), on peut les écrire sous la forme :

$$E_{z,n}(r, \phi) = J_n(k \cdot r) \cdot (a_n \cdot e^{-i \cdot n \cdot \phi} + a_{-n} \cdot e^{i \cdot n \cdot \phi}) \quad (\text{A.19})$$

ce qui donne alors :

$$H_{\phi,n}(r, \phi) = i \frac{a_n}{\zeta_{eff}} \left[J_{n-1}(k \cdot r) - \left(1 + \frac{\kappa}{\mu}\right) \frac{n J_n(k \cdot r)}{k \cdot r} \right] e^{i \cdot n \cdot \phi} + i \frac{a_{-n}}{\zeta_{eff}} \left[J_{n-1}(k \cdot r) - \left(1 - \frac{\kappa}{\mu}\right) \frac{n J_n(k \cdot r)}{k \cdot r} \right] e^{-i \cdot n \cdot \phi} \quad (\text{A.20})$$

Annexe B

Bandes de fréquence

Désignation	Domaine de fréquence (GHz)
VHF	0,030 - 0,300
UHF	0,300 - 1,00
Bande L	1 - 2
Bande S	2 - 4
Bande C	4 - 8
Bande X	8 - 12
Bande Ku	12 - 18
Bande K	18 - 26,5
Bande Ka	26,5 - 40
Bande Q	33 - 50
Bande U	40 - 60
Bande V	50 - 75
Bande E	60 - 90
Bande W	75 - 110
Bande F	90 - 140
Bande D	110 - 170
Bande G	140 - 220

TAB. B.1: Bandes de fréquences

Annexe C

Performances des circulateurs industriels

Une large gamme de circulateurs à ferrites est disponible sur le marché. Afin de donner un aperçu des performances classiques en bande X, et de rendre compte des différents compromis possibles entre bande passante, puissance admissible et pertes d'insertion, nous présentons les caractéristiques de quelques circulateurs commerciaux dans le tableau ci dessous. Lorsque les différents éléments (circulateur, amplificateur, etc.) sont insérés directement dans un même boîtier sans connecteurs internes, on parle d'éléments de type *drop-in*.

Distributeur	Type	Référence	Fréquence d'utilisation (GHz)	Bande passante (GHz)	Isolation (dB)	Pertes d'insertion (dB)	VSWR (:1)	Puissance admissible (W)
JQL Electronics	drop-in	JCD9500T10K5G1	9,5 - 10,5		20	0,4	1,25	10
Nova microwave	drop-in	1112CED	9,5 - 12,7		20	0,4	1,25	30
Nova microwave	drop-in	1070CED	9,7 - 11,7		20	0,4	1,25	30
UTE microwave	drop-in	CD-10100-ST	9,50 - 10,7		20	0,5	1,25	
Aerotek	drop-in	I06-S-S	9,0 - 10,0		20	0,5	1,25	25
MCLI	drop-in	DI-15	8,0 - 12,4		20	0,5	1,25	
MCLI	drop-in	DI-16	10,0 - 15,0		20	0,5	1,25	
Trak	drop-in	C900105/DA	9,5 - 10,5		20	0,5	1,25	20
Nova microwave	drop-in	1000CED	8,5 - 11,5		17	0,5	1,35	30
JQL Electronics	guide d'onde	JCWR90-27	8,0 - 12,4	100 MHz	35	0,2	1,1	
Tiger Microwave	guide d'onde	TGH-38	8,6 - 10,0	10%	20	0,25	1,25	250
Tiger Microwave	guide d'onde	TGH-39	10,0 - 12,0	10%	20	0,25	1,25	200
JQL Electronics	guide d'onde	JCWR90-48	8,0 - 12,4	1 GHz	23	0,3	1,15	

Distributeur	Type	Référence	Fréquence d'utilisation (GHz)	Bande passante (GHz)	Isolation (dB)	Pertes d'insertion (dB)	VSWR (:1)	Puissance admissible (W)
Thales MESL	guide d'onde	16C 3051	9,5 - 11,0		20	0,3	1,21	
Chelton AMC	guide d'onde	H90DA2	9,6 - 11,5		20	0,3	1,2	2000
Chelton AMC	guide d'onde	H90DA4	10,0 - 11,0		20	0,3	1,2	3000
Chelton CTM	guide d'onde	FJ6013	9,6 - 10,4		20	0,3	1,15	1500
Farran Technology	guide d'onde	CIRC-90FB	8,2 - 10,0		20	0,3	1,25	5
Temex ceramics	guide d'onde	FJ6013	9,6 - 10,4		20	0,3	1,15	1500
Chelton CTM	guide d'onde	FJ6008	9,9 - 10,5		20	0,5	1,2	500
Tiger Microwave	guide d'onde	P381	8,2 - 12,0	10%	20	0,5	1,2	300
Tiger Microwave	guide d'onde	P382	8,2 - 12,0	10%	20	0,5	1,2	1000
Temex ceramics	guide d'onde	FJ6008	9,9 - 10,5		20	0,5	1,2	500
Trak	microstrip	C900110/DA	9,0 - 11,0		20	0,5	1,22	10
JQL Electronics	microstrip	JCS9000T10K0	9,0 - 10,0		20	0,5	1,2	5
Midisco	SMA	M3C9211	9,2 - 10,5		23	0,15	1,2	2
Ditom microwave	SMA	D3I9211	9,2 - 10,5		23	0,2	1,2	2
Tiger Microwave	SMA	TGH501	8,0 - 10,0	300 MHz	25	0,3	1,15	
Thales MESL	SMA	XG 3042	9,5 - 10,5		25	0,3	1,23	
Farran Technology	SMA	CIRC-90NB	8,2 - 12,4	1 GHz	23	0,3	1,3	5
REC	SMA	3A8NRL	8,5 - 11,0		23	0,3	1,5	20
UTE microwave	SMA	CT-5449-O	9,5 - 10,7		22	0,3	1,2	1
Tiger Microwave	SMA	TGH501	8,0 - 10,0	400 MHz	23	0,4	1,2	
Tiger Microwave	SMA	TGH501	8,0 - 12,0	600 MHz	23	0,4	1,2	
Alcatel Ferrocom	SMA	60D157	9,0 - 11,0		23	0,4	1,15	10
Aerotek	SMA	J20-1FFF	9,5 - 10,5		23	0,4	1,15	25
Aerotek	SMA	J22-1FFF	9,6 - 10,2		23	0,4	1,15	25
Aerotek	SMA	J24-1FFF	10,0 - 12,0		23	0,4	1,15	25
Chelton CTM	SMA	BJ3011	9,6 - 10,6		20	0,4	1,25	30
Midisco	SMA	M3C8012	8,0 - 12,4		20	0,4	1,25	2
Nova microwave	SMA	0950CES	8,0 - 11,0		20	0,4	1,25	30
Nova microwave	SMA	1000CES	8,0 - 11,0		20	0,4	1,25	30
Nova microwave	SMA	1112CES	9,5 - 12,75		20	0,4	1,25	30
Quest	SMA	SR0812T01	8,0 - 12,4		20	0,4	1,25	5
Temex ceramics	SMA	BJ3011	9,6 - 10,6		20	0,4	1,25	30
P and H	SMA	1-X16317	7,0 - 12,4		20	0,4	1,25	25
P and H	SMA	1-X16311	8,0 - 12,4		20	0,4	1,25	25
Aerotek	SMA	J23-1FFF	9,7 - 12,0		20	0,4	1,15	25
MCLI	SMA	CS-33	8,5 - 10,5		20	0,4	1,2	

Distributeur	Type	Référence	Fréquence d'utilisation (GHz)	Bande passante (GHz)	Isolation (dB)	Pertes d'insertion (dB)	VSWR (:1)	Puissance admissible (W)
UTE microwave	SMA	CT-4032-O	5,0 - 10,0		18	0,4	1,3	1
UTE microwave	SMA	CT-5156-O	7,0 - 11,0		18	0,4	1,3	1
UTE microwave	SMA	CT-5158-O	8,0 - 12,4		18	0,4	1,3	1
UTE microwave	SMA	CT-5334-O	10,0 - 15,0		18	0,4	1,3	1
Quest	SMA	SR1015T01	10,0 - 15,0		23	0,5	1,15	60
Aerotek	SMA	J21-1FFF	9,5 - 12,4		23	0,5	1,2	25
southern microwave	SMA	K110C-LCW	10,0 - 11,0		20	0,5	1,22	12
Thales MESL	SMA	XG 3091	6,0 - 12,0		20	0,5	1,19	
JQL Electronics	SMA	JCC10K0T12K0S1	10,0 - 12,0		20	0,5	1,25	20
Tiger Microwave	SMA	TGH501	8,0 - 10,0	800 MHz	20	0,5	1,25	
Aerotek	SMA	I11-1FFF	7,0 - 11,0		20	0,5	1,25	25
Aerotek	SMA	I17-1FFF	8,0 - 11,0		20	0,5	1,25	25
Aerotek	SMA	J10-1FFF	8,0 - 12,0		20	0,5	1,25	25
Aerotek	SMA	J11-1FFF	8,0 - 12,4		20	0,5	1,25	25
Aerotek	SMA	J19-1FFF	9,0 - 12,0		20	0,5	1,25	25
MCLI	SMA	CSN-16	8,0 - 10,0		20	0,5	1,25	
MCLI	SMA	CSN-17	10,0 - 12,0		20	0,5	1,25	
Trak	SMA	C100120/DC	10,0 - 12,0		20	0,5	1,25	65
Tiger Microwave	SMA	TGH501	8,0 - 12,0	full	16	0,5	1,4	
REC	SMA	3A8BW	6,0 - 12,0		18	0,6	1,3	60
P and H	SMA	1-X26319	8,0 - 16,0		17	0,6	1,35	15
Aerotek	SMA	I12-1FFF	7,0 - 12,0		17	0,6	1,35	25
Aerotek	SMA	K10-1FFF	9,0 - 17,0		18	0,7	1,3	25

TAB. C.2: Principaux circulateurs disponibles sur le marché d'après [79]. REC désigne *Renaissance Electronics Corporation*.

Annexe D

Résultats bruts de mesures en cavité

Nous donnons ici les valeurs brutes des mesures en cavité réalisées à différentes fréquences sur les différents échantillons (tableau D.1). Ces résultats sont correspondent à ceux présentés sur la figure 3.11.

Échantillon	Cavité	Fréquence (MHz)	Q_0	ϵ'	$\tan \delta$
Aucun	1(TE_{011})	6448	34300		
Aucun	1(TE_{013})	9107	37962		
Aucun	2(TE_{011})	8632	29252		
Aucun	2(TE_{013})	11962	35128		
Aucun	3(TE_{011})	15345	20276		
Aucun	3(TE_{013})	20828	9068 ^a		
PC21	1	6444	25705	$3,00 \pm 0,10$	$5,0 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PC21	2	8625	21276	$2,93 \pm 0,06$	$5,2 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PC21	3	15324	14224	$2,92 \pm 0,06$	$5,0 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PC50	1	6439	19801	$2,77 \pm 0,05$	$4,9 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PC50	2	8617	16091	$2,77 \pm 0,05$	$4,9 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PC50	3	15299	10461	$2,74 \pm 0,03$	$4,8 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PCpores	1	6445	26198	$2,81 \pm 0,06$	$4,9 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PCpores	2	8626	21219	$2,88 \pm 0,06$	$5,3 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PCpores	3	15325	14460	$2,81 \pm 0,06$	$4,9 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PCchem	2	8628	23075	$2,65 \pm 0,10$	$5,6 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PCchem	3	15332	15749	$2,58 \pm 0,10$	$5,2 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PI25	1	6443	18230	$3,54 \pm 0,10$	$10,2 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PI25	2	8622	13337	$3,60 \pm 0,10$	$12,0 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PI25	3	15315	8644	$3,51 \pm 0,10$	$12,1 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
PVDF (32 μ m)	2	8613	6117	$2,62 \pm 0,10$	$39 \pm 5 \times 10^{-3}$
R/flex3600	1	6437	24786	$3,41 \pm 0,10$	$2,2 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
R/flex3600	2	8612	20481	$3,44 \pm 0,05$	$2,2 \pm 0,5 \times 10^{-3}$
R/flex3600	3	15286	13729	$3,35 \pm 0,05$	$2,1 \pm 0,5 \times 10^{-3}$

^aUne résonance proche du mode TE_{013} élargit le pic de ce mode sur la troisième cavité, mais la fréquence mesurée correspond à la valeur calculée pour le mode TE_{013} d'après la géométrie mesurée.

TAB. D.1: Mesure des modes TE_{011} et TE_{013} à vide, mesure des échantillons et permittivité diélectrique déduite, à 300K

Annexe E

Oscillations électromagnétiques dans une cavité en forme de cylindre de révolution

Les calculs développés ici s'appuient sur les développements présentés dans [71], et détaillent des calculs antérieurs à cette thèse et n'ayant pas été publiés au laboratoire. Ils permettent de déterminer ϵ' et $\tan \delta$ d'après les résultats bruts des mesures réalisées en cavité sur les différentes membranes.

Les champs évanescents présents dans la zone substrat hors de la cavité sont ici négligés (ces champs sont au moins cent fois plus faibles que les champs dans la cavité et la surface à prendre en compte est inférieure à la surface d'échantillon dans la cavité). D'autres modèles plus complexes permettent de les prendre en compte [55], ce qui pourrait être pertinent pour des échantillons très épais ou à forte constante diélectrique ϵ' : ce n'est pas le cas des membranes mesurées au cours de cette thèse. Les calculs que nous développons dans cette annexe sont donc suffisants pour déterminer les paramètres diélectriques des membranes considérées dans cette thèse.

E.1 Présentation du problème

On suppose un cylindre droit d'axe z , dont les parois sont de conductivité infinie, fermé par deux sections planes normales à l'axe z et distantes de $2 \cdot (L + t)$ (figure E.1).

En supposant des champs fonctions sinusoïdales du temps, on pose $k^2 = \omega^2 \cdot \mu \cdot \mu_0 \cdot \epsilon \cdot \epsilon_0$.

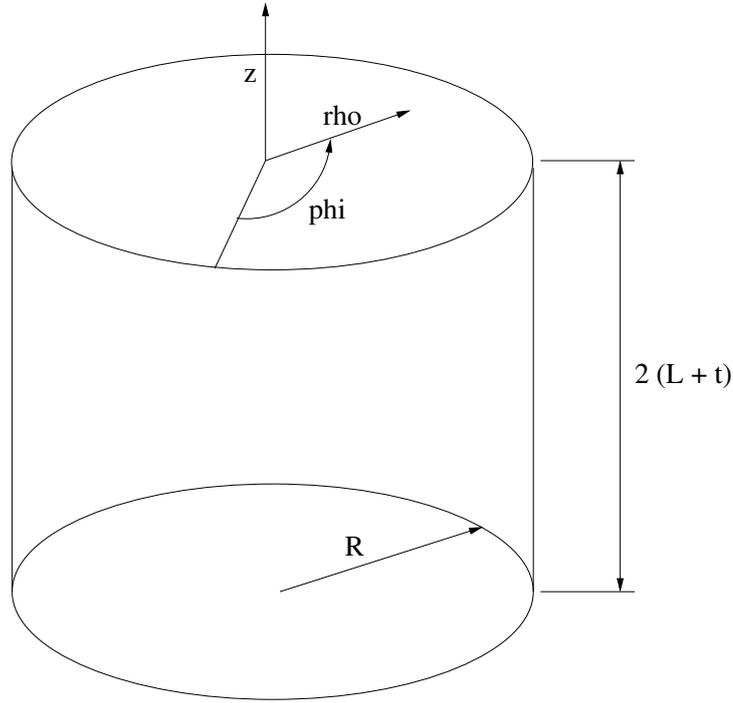


FIG. E.1: Cavité cylindrique

D'après les équations de Maxwell, on obtient :

$$\frac{\partial^2 U}{\partial z^2} + \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial}{\partial \rho} \left(\rho \cdot \frac{\partial U}{\partial \rho} \right) + \frac{1}{\rho} \cdot \frac{\partial^2 U}{\partial \varphi^2} + k^2 U = 0$$

soit

$$U = e^{i\omega \cdot t} \cdot \Re(A_\varphi \cdot e^{-i \cdot n \cdot \varphi}) \cdot \Re(B_z \cdot e^{-i \cdot k_z \cdot z}) \cdot \Re(C_n \cdot Z_n(k_r \cdot \rho))$$

avec $n \in \mathbb{Z}$ car $U(\varphi) = U(\varphi + 2 \cdot \pi)$, $k^2 = k_r^2 + k_z^2$ et $C_n \cdot Z_n = K \cdot J_n + K_2 \cdot Y_n$.
Par ailleurs, le champ U est fini en $\rho = 0$, or Y_n diverge en 0. On a donc :

$$U = K e^{i\omega \cdot t} J_n(k_r \cdot \rho) \cdot \Re(A_\varphi \cdot e^{-in\varphi}) \cdot \Re(B_z \cdot e^{-ik_z z})$$

Modes $TM_{n,m,l}$:

$$\begin{aligned} H_\rho &= -\frac{\partial^2 U}{\rho \partial \rho \partial t} \cdot \epsilon \epsilon_0 E_0 & E_\rho &= \frac{\partial^2 U}{\partial \rho \partial z} \cdot E_0 \\ H_\varphi &= \frac{\partial^2 U}{\partial \rho \partial t} \cdot \epsilon \epsilon_0 E_0 & E_\varphi &= \frac{\partial^2 U}{\rho \partial \varphi \partial z} \cdot E_0 \\ H_z &= 0 & E_z &= k_r^2 \cdot U \cdot E_0 \end{aligned}$$

Modes $TE_{n,m,l}$:

$$\begin{aligned} E_\rho &= -\frac{\partial^2 U}{\rho \partial \rho \partial t} \cdot \mu \cdot \mu_0 \cdot H_0 & H_\rho &= \frac{\partial^2 U}{\partial \rho \partial z} \cdot H_0 \\ E_\varphi &= \frac{\partial^2 U}{\partial \rho \partial t} \cdot \mu \cdot \mu_0 \cdot H_0 & H_\varphi &= \frac{\partial^2 U}{\rho \partial \varphi \partial z} \cdot H_0 \\ E_z &= 0 & H_z &= k_r^2 \cdot U \cdot H_0 \end{aligned}$$

avec E_0 en $V \cdot m^{-1} \cdot m^{-2}$ et H_0 en $T \cdot m^{-2}$.

- Les indices n, m, l liés respectivement à ρ, φ, z représentent :
 - n : nombre de noeuds suivant φ .
 - m : nombre de noeuds suivant ρ . k_r est la $m^{\text{ième}}$ racine de l'équation imposée par les conditions aux limites sur r .
 - l : nombre de noeuds suivant z . k_z est la $l^{\text{ième}}$ racine de l'équation imposée par les conditions aux limites sur z .
- Les noeuds sont comptés selon H pour les modes TE et selon E pour les modes TM .

Rappel : $\epsilon_0 \mu_0 = \frac{1}{c^2}$

E.2 Mode TE_{01p} avec p impair (H_z maximal en $z = 0$)

E.2.1 Expression des champs

Cylindre de hauteur $2 \cdot (L + t)$

$0 \leq |z| \leq t$: H_z maximal en $z = 0$: U maximal en $z = 0$:

$$\begin{aligned} E_z &= 0 \\ U &= J_0(k_{r_1} \cdot \rho) \cdot 1 \cdot \cos(k_{z_1} \cdot z) \\ \frac{\partial U}{\partial \varphi} &= 0 \\ H_\varphi &= 0 \\ E_\rho &= 0 \\ H_z &= k_{r_1}^2 \cdot J_0(k_{r_1} \cdot \rho) \cdot 1 \cdot \cos(k_{z_1} \cdot z) \cdot H_0 \\ \frac{\partial J_0(k_{r_1} \cdot \rho)}{\partial \rho} &= -k_{r_1} \cdot 1 \cdot J_1(k_{r_1} \cdot \rho) \\ E_\varphi &= -i \cdot \omega \cdot k_{r_1} \cdot J_1(k_{r_1} \cdot \rho) \cdot \cos(k_{z_1} \cdot z) \cdot \mu \cdot \mu_0 \cdot H_0 \\ \frac{\partial U}{\partial \rho} &= -J_0(k_{r_1} \cdot \rho) \cdot k_{z_1} \cdot \sin(k_{z_1} \cdot z) \\ H_\rho &= k_{r_1} \cdot k_{z_1} \cdot J_1(k_{r_1} \cdot \rho) \cdot \sin(k_{z_1} \cdot z) \cdot H_0 \end{aligned}$$

$$t \leq |z| \leq L + t :$$

$$\begin{aligned} E_z &= 0 \\ U &= J_0(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \cos(k_{z_2} \cdot z - z_{0_2}) \\ H_\varphi &= 0 \\ E_\rho &= 0 \\ H_z &= \alpha \cdot k_{r_2}^2 \cdot J_0(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \cos(k_{z_2} \cdot z - z_{0_2}) \cdot H_0 \\ E_\varphi &= -\alpha \cdot i \cdot \omega \cdot k_{r_2} \cdot J_1(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \cos(k_{z_2} \cdot z - z_{0_2}) \cdot \mu \cdot \mu_0 \cdot H_0 \\ H_\rho &= \alpha \cdot k_{r_2} \cdot k_{z_2} \cdot J_1(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \sin(k_{z_2} \cdot z - z_{0_2}) \cdot H_0 \end{aligned}$$

E.2.2 Conditions aux limites (rappel : $l = 0$, $m = 1$, $n = p$ pour le mode TE_{01p})

- pour $\rho = R$, les composantes du champ E normales au rayon sont nulles.
- pour $z = L + t$, les composantes du champ E normales à l'axe z sont nulles, et la composante H_z également
- pour $z = t$, les composantes des champs E et H normales à l'axe z sont continues à l'interface.

$$\begin{aligned} E_{\varphi(\rho=R)} = 0 &\Rightarrow J_1(k_{r_2} \cdot R) = 0 \\ &\Rightarrow k_{r_2} = \frac{\text{m}^{\text{i}eme} \text{ racine de } J_1}{R} \end{aligned} \quad (\text{E.1})$$

$$k_{z_2}^2 = k_2^2 - k_{r_2}^2 = \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 - k_{r_2}^2 \quad (\text{E.2})$$

$$\begin{aligned} E_{\varphi(z=L+t)} = 0 &\Rightarrow \cos(k_{z_2} \cdot (L + t) - z_{0_2}) = 0 \\ &\Rightarrow k_{z_2} \cdot (L + t) - z_{0_2} = p \cdot \frac{\pi}{2} \end{aligned} \quad (\text{E.3})$$

$$\begin{aligned} E_{1\varphi(z=t)} = E_{2\varphi(z=t)} &\Rightarrow -k_{r_1}^2 \cdot J_0(k_{r_1} \cdot \rho) \cdot \cos(k_{z_1} \cdot t) \cdot \mu_1 \mu_0 \\ &= -\alpha \cdot i \omega \cdot k_{r_2} J_1(k_{r_2} \rho) \cos(k_{z_2} t - z_{0_2}) \mu_2 \mu_0 \end{aligned} \quad (\text{E.4})$$

$$\begin{aligned} &\Rightarrow k_{r_1} = k_{r_2} \text{ et en supposant } \mu_1 = \mu_2 = 1 : \\ &\cos(k_{z_1} \cdot t) = \alpha \cdot \cos(k_{z_2} \cdot t - z_{0_2}) \end{aligned} \quad (\text{E.5})$$

$$\Leftrightarrow \cos(k_{z_1} \cdot t) = \alpha \cdot \cos\left(k_{z_2} \cdot t - k_{z_2} \cdot (L + t) + p \cdot \frac{\pi}{2}\right)$$

$$\Leftrightarrow \cos(k_{z_1} \cdot t) = \alpha \cdot \cos\left(p \cdot \frac{\pi}{2} - k_{z_2} \cdot L\right)$$

$$\begin{aligned} H_{1\rho(z=t)} = H_{2\rho(z=t)} &\Rightarrow k_{z_1} \cdot \sin(k_{z_1} \cdot t) = \alpha \cdot k_{z_2} \cdot \sin(k_{z_2} \cdot t - z_{0_2}) \\ &\Rightarrow k_{z_1} \cdot \tan(k_{z_1} \cdot t) = k_{z_2} \cdot \tan(k_{z_2} \cdot t - z_{0_2}) \\ &\Leftrightarrow k_{z_1} \cdot \tan(k_{z_1} \cdot t) = k_{z_2} \cdot \tan\left(p \cdot \frac{\pi}{2} - k_{z_2} \cdot L\right) \end{aligned} \quad (\text{E.6})$$

$$k_{z_1}^2 = k_1^2 - k_{r_1}^2 = \epsilon' \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 - k_{r_1}^2 \quad (\text{E.7})$$

E.2.3 Calcul de ϵ' et ϵ''

E.2.3.1 Estimation de ω_0

Connaissant les dimensions de la cavité R et $2 \cdot (L + t)$, ainsi que le mode TE_{01p} choisi avec p impair, on en déduit la fréquence estimée $\omega_{0_{est}}$ à vide.

Si la cavité est non chargée, alors $\alpha = 1$, $k_{z_1} = k_{z_2}$ et $z_{0_2} = 0$ dans les équations précédentes.

La formule (E.3) nous donne alors

$$k_{z_{2_0}} = \frac{p \cdot \frac{\pi}{2}}{L + t}$$

tandis que la formule (E.1) nous donne

$$k_{r_2} = \frac{m^{\text{ième}} \text{ racine de } J_1}{R}$$

d'où l'on déduit d'après (E.2)

$$\omega_{0_{est}} = \sqrt{\frac{k_{z_{2_0}}^2 + k_{r_2}^2}{\epsilon_0 \cdot \mu_0}} \quad (\text{E.8})$$

E.2.3.2 Estimation de Q_0^{-1}

Le facteur de qualité peut être défini par la formule suivante :

$$\begin{aligned} Q_0^{-1} &= \frac{\text{énergie dissipée}}{\text{énergie stockée}} \text{ par cycle} \\ &= \frac{\text{énergie dissipée dans les parois} + \text{dans l'échantillon}}{\text{énergie stockée dans la cavité} + \text{énergie supplémentaire stockée dans l'échantillon}} \\ &= \frac{1}{2} \cdot \frac{\delta \cdot \int_S h^2 ds + \chi'' \cdot \int_{V_s} h^2 dv}{\int_{V_c} h^2 dv + \chi' \cdot \int_{V_s} h^2 dv} \end{aligned} \quad (\text{E.9})$$

A vide, on a simplement

$$Q_0^{-1} = \frac{\delta_0 \cdot \int_S h^2 ds}{2 \int_{V_c} h^2 dv}$$

On suppose la cavité en cuivre, avec $\rho_{Cu} = 1,55 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$ à 0°C . On utilise la fréquence $\omega_{0_{est}}$ calculée précédemment pour trouver l'épaisseur de

$$\text{peau } \delta_{0_{est}} = \sqrt{\frac{2 \cdot \rho_{Cu}}{\omega_{0_{est}} \cdot \mu_0}}.$$

Reste à évaluer un facteur dont la formule de calcul sera ré-utilisée par la suite, à savoir

$$\frac{\int_S h^2 ds}{\int_{V_c} h^2 dv}$$

On peut séparer le numérateur en deux parties : l'intégrale sur le cylindre et l'intégrale sur les flasques. L'intégrale sur le cylindre nous donne :

$$\begin{aligned} \int_{S_{cyl}} h^2 ds &= 2 \cdot \pi \cdot R \cdot \int_{-L-t}^{+L+t} (H_z)^2 dz \\ &= 2 \cdot \pi \cdot R \cdot (k_{r_2}^2 \cdot J_0(k_{r_2} \cdot R) \cdot H_0)^2 \cdot \int_{-L-t}^{+L+t} \cos^2(k_{z_2} \cdot z) dz \\ &= 2 \cdot \pi \cdot R \cdot (k_{r_2}^2 \cdot J_0(k_{r_2} \cdot R) \cdot H_0)^2 \cdot \int_{-L-t}^{+L+t} \frac{1 + \cos(2 \cdot k_{z_2} \cdot z)}{2} dz \\ &= 2 \cdot \pi \cdot R \cdot (k_{r_2}^2 \cdot J_0(k_{r_2} \cdot R) \cdot H_0)^2 \cdot \left[\frac{z + \frac{1}{2 \cdot k_{z_2}} \sin(2 \cdot k_{z_2} \cdot z)}{2} \right]_{-L-t}^{L+t} \\ &= 2 \cdot \pi \cdot R \cdot (k_{r_2}^2 \cdot J_0(k_{r_2} \cdot R) \cdot H_0)^2 \cdot \left(L + t + \frac{\sin(2 \cdot k_{z_2} \cdot (L + t))}{2 \cdot k_{z_2}} \right) \end{aligned}$$

or $\sin(2 \cdot k_{z_2} \cdot (L + t)) = 0$ car $\cos(k_{z_2} \cdot (L + t)) = 0$, soit :

$$\int_{S_{cyl}} h^2 ds = 2 \cdot \pi \cdot R \cdot (k_{r_2}^2 \cdot J_0(k_{r_2} \cdot R) \cdot H_0)^2 \cdot (L + t)$$

et l'intégrale sur les 2 flasques nous donne (avec $\cos(k_{z_2} \cdot (L + t)) = 0$, soit $\sin(k_{z_2} \cdot (L + t)) = \pm 1$) :

$$\begin{aligned} \int_{S_{flasques}} h^2 ds &= 2 \cdot \int_0^R 2 \cdot \pi \cdot \rho \cdot (H_\rho)^2 d\rho \\ &= 4 \cdot \pi \cdot \int_0^R \rho \cdot (k_{r_2} \cdot k_{z_2} \cdot J_1(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \sin(k_{z_2} \cdot (L + t)) \cdot H_0)^2 d\rho \\ &= 4 \cdot \pi \cdot (k_{r_2} \cdot k_{z_2} \cdot H_0)^2 \cdot \int_0^R \rho \cdot J_1^2(k_{r_2} \cdot \rho) d\rho \end{aligned}$$

et au dénominateur

$$\begin{aligned} \int_{V_c} h^2 dv &= \int_z \int_\rho \int_\varphi (H_z^2 + H_\rho^2) d\varphi \cdot d\rho \cdot dz \\ &= H_0^2 k_{r_2}^2 \int_z \int_\rho (k_{r_2}^2 J_0^2(k_{r_2} \rho) \cos^2(k_{z_2} z) + k_{z_2}^2 J_1^2(k_{r_2} \rho) \sin^2(k_{z_2} z)) \cdot 2\pi \rho \cdot d\rho dz \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
&= 2\pi \cdot H_0^2 \cdot k_{r_2}^2 \cdot \int_{\rho} k_{r_2}^2 \cdot J_0^2(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \left[\frac{z + \frac{1}{2 \cdot k_{z_2}} \sin(2 \cdot k_{z_2} \cdot z)}{2} \right]^{+L+t}_{-L-t} \cdot \rho \cdot d\rho + \\
&\quad 2\pi \cdot H_0^2 \cdot k_{r_2}^2 \cdot \int_{\rho} k_{z_2}^2 \cdot J_1^2(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \left[\frac{z - \frac{1}{2 \cdot k_{z_2}} \sin(2 \cdot k_{z_2} \cdot z)}{2} \right]^{+L+t}_{-L-t} \cdot \rho \cdot d\rho \\
&= 2\pi \cdot H_0^2 \cdot k_{r_2}^2 \cdot \int_{\rho} k_{r_2}^2 \cdot J_0^2(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot (L+t) \cdot \rho \cdot d\rho + \\
&\quad 2\pi \cdot H_0^2 \cdot k_{r_2}^2 \cdot \int_{\rho} k_{z_2}^2 \cdot J_1^2(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot (L+t) \cdot \rho \cdot d\rho \\
&= 2\pi \cdot H^2 \cdot k_{r_2}^4 \cdot (L+t) \cdot \int_{\rho} J_0^2(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \rho \cdot d\rho + \\
&\quad 2\pi \cdot H_0 \cdot k_{r_2}^2 \cdot k_{z_2}^2 \cdot (L+t) \cdot \int_{\rho} J_1^2(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \rho \cdot d\rho
\end{aligned}$$

En divisant tous les termes par $2\pi \cdot k_r^4 \cdot H_0^2 \cdot (L+t)$, le rapport recherché vaut donc :

$$\frac{\int_S h^2 ds}{\int_{V_c} h^2 dv} = \frac{R \cdot J_0^2(k_{r_2} \cdot R) + \frac{k_{z_2}^2 \cdot 2}{k_{r_2}^2 \cdot (L+t)} \cdot \int_{\rho} J_1^2(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \rho \cdot d\rho}{\int_{\rho} J_0^2(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \rho \cdot d\rho + \frac{k_{z_2}^2}{k_{r_2}^2} \cdot \int_{\rho} J_1^2(k_{r_2} \cdot \rho) \cdot \rho \cdot d\rho}$$

où les intégrales sur ρ de 0 à R sont calculées d'après la relation suivante (où $J'(k \cdot x) = \left[\frac{d}{du} J(u) \right]_{u=k \cdot x}$) :

$$\begin{aligned}
\int_x x \cdot J_n^2(k \cdot x) \cdot dx &= \frac{x^2}{2} \cdot \left[J_n^2(k \cdot x) + \left(1 - \frac{n^2}{k^2 \cdot x^2} \right) \cdot J_n^2(k \cdot x) \right] \\
&= \frac{x^2}{2} \cdot \left[\left(J_{n-1}(k \cdot x) - \frac{n}{k \cdot x} \cdot J_n(k \cdot x) \right)^2 + \left(1 - \frac{n^2}{k^2 \cdot x^2} \right) \cdot J_n^2(k \cdot x) \right] \\
&= \frac{x^2}{2} \cdot \left[J_{n-1}^2(k \cdot x) - 2 \cdot \frac{n}{k \cdot x} \cdot J_n(k \cdot x) \cdot J_{n-1}(k \cdot x) + J_n^2(k \cdot x) \right]
\end{aligned}$$

soit

$$\begin{aligned}
\int_{\rho} \rho \cdot J_0^2(k \cdot \rho) \cdot d\rho &= \frac{\rho^2}{2} \cdot [J_{-1}^2(k \cdot \rho) + J_0^2(k \cdot \rho)] \\
&= \frac{\rho^2}{2} \cdot [J_1^2(k \cdot \rho) + J_0^2(k \cdot \rho)] \\
\int_{\rho} \rho \cdot J_1^2(k \cdot \rho) \cdot d\rho &= \frac{\rho^2}{2} \cdot \left[J_0^2(k \cdot \rho) - 2 \cdot \frac{1}{k \cdot \rho} \cdot J_1(k \cdot \rho) \cdot J_0(k \cdot \rho) + J_1^2(k \cdot \rho) \right]
\end{aligned}$$

Or on intègre entre 0 et R , avec $J_1(k_{r_2} \cdot R) = 0$, soit

$$\int_0^R \rho \cdot J_0^2(k \cdot \rho) \cdot d\rho = \frac{R^2}{2} \cdot J_0^2(k \cdot R)$$

$$\int_0^R \rho \cdot J_1^2(k \cdot \rho) \cdot d\rho = \frac{R^2}{2} \cdot J_0^2(k \cdot R)$$

On obtient alors une estimation de Q_0^{-1} :

$$Q_0^{-1} = \frac{1}{2} \cdot \delta_{0_{est}} \cdot \frac{R \cdot \frac{2}{R^2} + \frac{k_{z_2}^2 \cdot 2}{k_{r_2}^2 \cdot (L+t)}}{1 + \frac{k_{z_2}^2}{k_{r_2}^2}}$$

$$Q_0^{-1} = \delta_{0_{est}} \cdot \frac{1}{R} \cdot \frac{1 + \frac{k_{z_2}^2}{k_{r_2}^2} \cdot \frac{R}{(L+t)}}{1 + \frac{k_{z_2}^2}{k_{r_2}^2}} \quad (\text{E.10})$$

ce qui nous donne, connaissant $\omega_{0_{est}}$, la largeur $\Delta\omega$ du pic de résonance à mi hauteur :

$$\Delta\omega = Q_0^{-1} \cdot \omega$$

On peut alors mesurer sur les paramètres S autour de la fréquence $\omega_{0_{est}}$, avec une fenêtre d'observation de $2 \cdot \Delta\omega$.

Il est alors possible de se recentrer en ω_0 sur le pic mesuré, et de mesurer la valeur de Q_0^{-1} .

Si $\omega_0 \neq \omega_{0_{est}}$, cela signifie que l'une des deux dimensions entrées (voire les deux) sont inexactes. Afin d'obtenir les bonnes valeurs de hauteur et de rayon, il est préférable de compléter cette première mesure à vide du mode TE_{011} par une mesure à vide du mode TE_{013} .

De la même façon que l'on a obtenu ω_0 et Q_0^{-1} pour le mode TE_{011} , on mesure ω_0 pour le mode TE_{013} . D'après (E.1,E.3,E.8) et on a

$$9 \cdot \omega_{0_1}^2 - \omega_{0_3}^2 = \frac{8 \cdot (1^{\text{ere}} \text{ racine de } J_1)^2}{R^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0}$$

d'après les mêmes formules on déduit $L + t$:

$$(L + t)^2 = \frac{8 \cdot \left(\frac{\pi}{2}\right)^2}{\epsilon_0 \cdot \mu_0 \cdot (\omega_{0_3}^2 - \omega_{0_1}^2)}$$

On peut alors en déduire δ_0 d'après (E.10) :

$$\delta_0 = Q_0^{-1} \cdot R \cdot \frac{1 + \frac{k_{z_2}^2}{k_{r_2}^2}}{1 + \frac{k_{z_2}^2}{k_{r_2}^2} \cdot \frac{R}{(L+t)}}$$

E.2.3.3 Calcul de ϵ'

L'expression de k_{r_2} est calculée d'après (E.1), la mesure de la fréquence de résonance du mode TE_{011} une fois le substrat inséré permet alors de calculer k_{z_2} d'après (E.2) :

$$k_{z_2}^2 = \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 - k_{r_2}^2$$

On suppose que l'on mesure bien le mode TE_{011} et non un mode d'ordre supérieur, ce qui signifie qu'entre le milieu de la cavité et le haut de la cavité, on vérifie

$$U > 0$$

soit

$$\begin{cases} \cos(k_{z_1} \cdot t) > 0 \\ \cos(k_{z_2} \cdot t) > 0 \end{cases}$$

Il est donc légitime de fixer k_{z_1} dans l'intervalle $\left[0, \frac{\pi}{2 \cdot t} \right]$ afin de garantir $\cos(k_{z_1} \cdot t) > 0$. On peut alors résoudre numériquement par dichotomie l'équation (E.6) rappelée ci-dessous :

$$k_{z_1} \cdot \tan(k_{z_1} \cdot t) = k_{z_2} \cdot \tan\left(p \cdot \frac{\pi}{2} - k_{z_2} \cdot L\right)$$

Notons qu'on ne peut exprimer analytiquement les solutions de cette équation, ce qui justifie le recours à une méthode numérique.

Une fois k_{z_1} déterminé, sachant que $k_{r_1} = k_{r_2}$, on peut alors déterminer ϵ' l'équation (E.7) rappelée ci après :

$$\begin{aligned} k_{z_1}^2 &= \epsilon' \cdot \omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0 - k_{r_1}^2 \\ \epsilon' &= \frac{k_{z_1}^2 + k_{r_1}^2}{\omega^2 \cdot \epsilon_0 \cdot \mu_0} \end{aligned}$$

E.2.3.4 Calcul de $\tan \delta$

ϵ' étant désormais connu, h est supposé connu.

L'épaisseur de peau δ_{0s} à la fréquence de résonance de la cavité avec substrat f_{0s} est légèrement différente de l'épaisseur de peau δ_0 à la fréquence de résonance f_0 sans substrat, δ_0 étant connue d'après E.10. On détermine alors

$$\delta_{0s} = \sqrt{\frac{f_0}{f}} \cdot \delta_0$$

Le facteur de qualité lorsque le substrat est inséré dans la cavité s'écrit

$$Q_{0s}^{-1} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\delta_{0s} \cdot \int_S h^2 ds + \epsilon' \cdot \tan \delta \cdot \int_{V_{substrat}} h^2 dv}{\int_{V_c - V_{substrat}} h^2 dv + \epsilon' \cdot \int_{V_{substrat}} h^2 dv}$$

soit

$$\tan \delta = \frac{1}{\epsilon'} \cdot \frac{1}{\int_{V_{substrat}} h^2 dv} \left[2 \cdot Q_{0s}^{-1} \cdot \left(\int_{V_c - V_{substrat}} h^2 dv + \epsilon' \cdot \int_{V_{substrat}} h^2 dv \right) - \delta_{0s} \cdot \int_S h^2 ds \right]$$

où les calculs des différentes intégrales est mené selon des développements similaires à ceux déjà présentés pour une cavité vide.

Annexe F

Codes de calculs micromagnétiques

Une étude approfondie des codes de calculs micromagnétiques a été réalisée par Werner Scholtz [95]. Ces logiciels permettent de rendre compte des interactions à l'échelle nanométrique (telles que l'énergie magnétocristalline, l'énergie d'échange, les effets démagnétisants) et de simuler l'évolution temporelle microscopique et macroscopique d'un système magnétique soumis à des champs magnétiques extérieurs fixes ou variables.

Les principaux logiciels disponibles sont rappelés ici.

F.1 Codes commerciaux

- LLG Micromagnetics Simulator
 - développé par M. R. Scheinfein
 - <http://llgmicro.home.mindspring.com/>
 - disponible sous MS Windows
- MagFEM3D
 - développé par K. Ramstöck
 - <http://www.ramstock.de/>
 - disponible sous Unix, MS Windows
- Magsimus Euxine Technologies
 - <http://www.euxine.com/>
 - disponible sous MS Windows
- MicroMagus
 - développé par D. V. Berkov, N. L. Gorn
 - <http://www.micromagus.de/>
 - disponible sous MS Windows

F.2 Codes ouverts - logiciels libres - “open source”

- PC Micromagnetic Simulator (SimulMag)
 - développé par John Oti
 - <http://math.nist.gov/oommf/contrib/simulmag/>
 - disponible sous MS Windows
- General Dynamic Micromagnetics (GDM2)
 - développé par Bo Yang
 - <http://physics.ucsd.edu/drf/pub/>
- Object Oriented MicroMagnetic Framework (*OOMMF*)
 - développé par Mike Donahue and Don Porter
 - <http://math.nist.gov/oommf/>
 - disponible sous Unix, MS Windows

Annexe G

Paramétrage d'un nanofil composite dans *Oommf*

La définition du nanofil, des paramètres de calculs tels la résolution, l'aimantation initiale, le champ magnétique appliqué et son évolution, sont réunis dans un fichier, qui peut accueillir également la présélection des sorties par défaut.

Le fichier *Modele-Fil-co_ni_co10p.mif* définit ainsi un nanofil composite constitué d'un empilement cobalt/nickel/cobalt, d'une hauteur totale de 21 microns et dont les blocs de cobalt ont tous deux une hauteur de 1 micron. Le code présenté s'inspire d'un fichier fourni par l'équipe PCPM de l'UCL, mais présente l'avantage d'être plus flexible : les données interdépendantes sont ici calculées à partir d'un ensemble réduit de paramètres, ce qui permet de modifier la configuration du nanofil à modéliser en changeant une valeur unique dans le fichier.

```
# MIF 2.1
# Simulation d'un nanofil 3 couches
# All units are SI.
# Define a couple of constants for later use.
set PI [expr {4*atan(1.)}]
set MU0 [expr {4*$PI*1e-7}]
##### PARAMETRAGE #####
# Ms en A/m = (4PiMs en Gauss)/((4*pi*10^-7)*10^4)
#
# Ni : 485000
# Co : 1370000
# NiFe : 800000
#-----
```

```

##                                                                 MS
set MsNi 485000
set NiFe 830000
set MsCo 1370000
set Ms $MsNi
#-----
##                                                                 K1
#           Anisotropie du cobalt, axe // aux fils
#set K1Co 520e3
set K1Co 0
#-----
##                                                                 GEOMETRIE
#           DIAM : diametre d'un nanofil
#           HIGF : hauteur d'un nanofil
#           HICO : hauteur d'un bloc de cobalt
set DIAM 50e-9
set HIGF 21000e-9
set HICO 0
#-----
##                                                                 RESOLUTION SPATIALE
#           taille d'une cellule en m
set RESOC 10e-9
#-----
#                                                                 CHAMP
## Champ applique, MAXFIELD en mT doit saturer l'echantillon
set MAXFIELD 800
## NPAS=nombre de points entre +MAXFIELD et -MAXFIELD
set NPAS 40
##### FIN PARAMETRAGE #####
# Definition de l'espace de travail pour un fil de
# de diametre DIAM et de longueur HIGF
Specify Oxs_BoxAtlas :atlas [subst {
  xrange {0 $DIAM}
  yrange {0 $DIAM}
  zrange {0 $HIGF}
}]
# The Oxs_RectangularMesh object is initialized with the
# discretization cell size (in meters).
Specify Oxs_RectangularMesh :mesh [subst {
  cellsize {$RESOC $RESOC $RESOC}
  atlas :atlas

```

```

}]
# Homogeneous exchange energy. A = 13e-12 J/m.
# En pratique, les valeurs sont controversées, et
# s'étalent de 10 a 30 (max) selon les
# publications. La valeur est plus élevée pour le cobalt
# que pour les autres matériaux
Specify Oxs_UniformExchange :All {
  A 13e-12
}
# The Oxs_UZeeman class is initialized with field ranges
# in A/m. The following block uses the multiplier option to
# allow ranges to be specified in mT.
# Champ applique selon la direction x
Specify Oxs_UZeeman :AppliedField [subst {
  multiplier [expr 0.001/$MU0]
  Hrange {
    { 0 0 0 0 0 $MAXFIELD 2 }
    { 0 0 $MAXFIELD 0 0 -$MAXFIELD $NPAS }
    { 0 0 -$MAXFIELD 0 0 $MAXFIELD $NPAS }
  }
}]
# Enable demagnetization (self-magnetostatic) field
# computation. This block takes no parameters.
Specify Oxs_Demag {}
# First order Euler ODE solver, using default
# parameter values.
Specify Oxs_EulerEvolve {
  alpha 0.5
  start_dm 0.01
}
# la procedure suivante defini la section du fil (cercle)
proc cercle { Ms x y z } {
  global DIAM
  set xcenter [expr ($DIAM)/2.]
  set ycenter [expr ($DIAM)/2.]
  set xrad [expr {$x/$xcenter - 1.} ]
  set yrad [expr {$y/$ycenter - 1.} ]
  set test [expr {$xrad*$xrad+$yrad*$yrad}]
  if {$test>1.0} {return 0}
  return $Ms
}

```

```

# la procedure suivante definit les couches magnetique
# Co/Ni/Co, en supposant que les deux Co ont la meme
# hauteur HICO
set z1 $HICO
set z3 $HIGF
set z2 [expr $HIGF-$z1]
proc template { Ms MsCo x y z } {
  global z1
  global z2
  global z3
  if {$z<$z1} {
    cercle $MsCo $x $y $z
  } elseif {$z>$z1 && $z<$z2} {
    cercle $Ms $x $y $z
  } elseif {$z>$z2} {
    cercle $MsCo $x $y $z
  }
}
# La procedure suivante peut etre utilisee pour
# definir l'etat initial de l'aimantation
proc InitMag { x y z } {
  global z1
  global z2
  global z3
  if {$z<$z1} {
    return "0 0 1"
  } elseif {$z>$z1 && $z<$z2} {
    return "0 0 1"
  } elseif {$z>$z2 && $z<$z3} {
    return "0 0 1"
  } else {return "0 0 0"}
}
# L'anisotropie est egale a
# K1Co si l'on est dans le cobalt, a 0 sinon
Specify Oxs_UniaxialAnisotropy [subst {
  K1 { Oxs_ScriptScalarField {
    atlas :atlas
    script {template 0 $K1Co}
    script_args rawpt
  }
}
}

```

```
axis { Oxs_UniformVectorField {
  norm 1
  vector {0 0 1}
}
}
}]
Specify Oxs_TimeDriver [subst {
  basename restric-
  evolver Oxs_EulerEvolve
  stopping_dm_dt 0.01
  stage_count 0
  stage_iteration_limit 0
  total_iteration_limit 0
  mesh :mesh
  Ms { Oxs_ScriptScalarField {
    atlas :atlas
    script {template $MsNi $MsCo}
    script_args rawpt
  } }
  m0 { Oxs_ScriptVectorField {
    norm 1
    script_args rawpt
    script {InitMag}
    atlas :atlas
  } }
}]
# Default outputs
Destination graph mmGraph new
Destination display mmDisp new
Destination archive mmArchive new
Destination datatable mmDataTable new
Schedule DataTable graph Step 10
Schedule DataTable archive Step 200
Schedule DataTable datatable Step 1
Schedule Oxs_TimeDriver : :Magnetization display Step 50
Schedule Oxs_TimeDriver : :Magnetization archive Step 200
Schedule Oxs_Demag : :Field archive Step 200
```

Liste des tableaux

1.1	Facteurs démagnétisants et fréquence de résonance ferromagnétique de volumes usuels : géométrie, facteurs démagnétisants (S.I.), champ interne H_i , champ appliqué H_a , fréquence de résonance ferromagnétique fonction de H_a , puis de H_i	17
1.2	Valeurs de K_1 pour le nickel, le cobalt et l'alliage $Ni_{80}Fe_{20}$, d'après [27].	18
1.3	Diagramme de bande de magnons dégénérés : énergie du mode uniforme en fonction de la géométrie et modes non-uniformes dégénérés. Les modes d'onde de spin possibles sont compris entre les courbes $\theta = 0$ et $\theta = \pi/2$. Pour un plan, il n'existe pas de mode non-uniforme dégénéré en énergie avec le mode uniforme.	30
1.4	Propriétés des ferrites spinelles, d'après [41].	34
1.5	Permittivité courante et facteur de Landé des ferrites spinelles, d'après [41, 105].	34
1.6	Propriétés des ferrites grenats, d'après [41].	34
1.7	Permittivité courante et facteur de Landé des ferrites grenats, d'après [41, 105].	34
1.8	Carte des modes sans effet magnétique ($\frac{\kappa}{\mu} = 0$) et avec effet magnétique idéal. En couleur de fond, le bleu et le rouge indiquent des champs électriques négatifs et positifs respectivement, les vecteurs indiquent la direction et l'amplitude du champ magnétique.	45
2.1	Technologies, fréquences, puissances et performances, d'après [41].	53
3.1	Épaisseur des échantillons	75

3.2	Comparaison de la permittivité des membranes mesurées à l'impédancemètre. La mesure donne une réponse large bande, mais le bruit à basse fréquence et la proximité d'une résonance à haute fréquence permettent d'obtenir des valeurs pertinentes sur une plage de fréquence réduite, centrée sur 400 MHz. . . .	79
3.3	Cavités utilisées. Les dimensions géométriques sont données à titre indicatifs, les dimensions utiles sont recalculées avant chaque mesure d'après les fréquences de résonance des modes TE_{011} et TE_{013}	86
3.4	Caractéristiques comparées des dispositifs de mesure de permittivité diélectrique quant aux mesures de membranes minces.	91
3.5	Synthèse des principaux résultats obtenus sur les permittivités diélectriques.	93
3.6	Champs coercitifs mesurés sur nanofils de 50 nm de diamètre, comparés aux valeurs simulées sur nanofil unique dans <i>Oommf</i> . Ces simulations sur nanofil unique ne tiennent pas compte des interactions entre nanofils.	102
4.1	Caractéristiques comparées des membranes chargées de nanofils et d'un ferrite de YIG (ordres de grandeur). ϵ' varie fortement en fonction de la hauteur de remplissage et de la densité des membranes chargées.	147
4.2	Influence des paramètres de pertes. Variation relative (en %) du niveau de pertes d'insertion à 15 GHz en fonction de la variation relative de chaque facteur de pertes. Les couplages ne sont pas pris en compte.	158
4.3	Synthèse des mesures de dispositifs : un effet non-réciproque a-t-il pu être observé?	179
B.1	Bandes de fréquences	209
C.2	Principaux circulateurs disponibles sur le marché d'après [79]. REC désigne <i>Renaissance Electronics Corporation</i>	213
D.1	Mesure des modes TE_{011} et TE_{013} à vide, mesure des échantillons et permittivité diélectrique déduite, à 300K	216

Résumé

L'objectif de cette thèse est d'étudier la possibilité d'utiliser des membranes chargées de nanofils métalliques magnétiques comme matériau non-réciproque dans des circulateurs hyperfréquence. Ces dispositifs utilisent très largement des ferrites polarisés par des aimants permanents, ce qui les rend coûteux et encombrants. Le remplacement de ces ferrites par des membranes de polymère irradié, chargées de nanofils métalliques magnétiques orientés, a déjà donné naissance à un dispositif présentant un effet non-réciproque sans polarisation externe, mais avec des pertes d'insertion de plus de 10 dB. La réduction des pertes d'insertion des dispositifs à membranes chargées de nanofils est recherchée.

Dans le cadre de cette thèse, les propriétés du matériau utiles à la conception, à la simulation et à la réalisation de dispositifs non-réciproques sont étudiées. La contribution des différents facteurs de dissipation aux pertes d'insertion est évaluée, ce qui permet d'identifier les facteurs clés et de proposer des solutions réduisant les pertes conducteurs, les pertes magnétiques, et les pertes diélectriques par rapport au dispositif préexistant.

La pertinence de ces solutions est évaluée par les simulations et mesures de dispositifs. Enfin, de nouvelles technologies à explorer sont proposées pour la fabrication du diélectrique à nanofils magnétiques, elles permettraient d'appliquer conjointement les diverses solutions de réduction de pertes présentées dans cette thèse.

Mots-clés : circulateur à nanofils, circulateur hyperfréquence, membranes nanoporeuses, nanocomposites anisotropes, nanofils magnétiques

Abstract

Microwave devices mostly use ferrite circulators, which need an external magnetic bias. Cost and size of these circulators lead to study various materials in order to replace the ferrites. Among the candidates, irradiated polymer membranes, filled by oriented magnetic metallic nanowires, have already been used in an unbiased non-reciprocal device, which exhibits more than 10 dB insertion loss. Lower insertion loss is required to make efficient nanowired circulators.

In this thesis, the nanowired membrane properties, useful for designing, modelling and making non-reciprocal devices, are studied. Contribution of the different loss factors can then be estimated, thus allowing to identify the key loss factor and then to propose solutions to reduce conductor loss, magnetic loss, and dielectric loss in new devices.

Device modelling and measurement of these solutions are carried out. The performance improvement can then be quantified. Finally, new nanowired membrane technologies to be explored are suggested, as they could allow achieving the implementation of all the solutions into the same device.

Keywords : anisotropic nanocomposites, magnetic nanowires, microwave circulator, nanoporous membrane, nanowired circulator