

# Etude des propriétés diélectriques de polymères flexibles par la méthode de ligne de transmission couplée à un résonateur CSRR

G Chehade, Arnaud Vena, Sylvie Jarrix, Brice Sorli

### ▶ To cite this version:

G Chehade, Arnaud Vena, Sylvie Jarrix, Brice Sorli. Etude des propriétés diélectriques de polymères flexibles par la méthode de ligne de transmission couplée à un résonateur CSRR. XXIIIèmes Journées Nationales Microondes 5-7 juin 2024 – Antibes Juan-Les-Pins, Jun 2024, Antibes Juan-Les-Pins, France. hal-04723655

## HAL Id: hal-04723655 https://hal.science/hal-04723655v1

Submitted on 8 Oct 2024

**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.



# Etude des propriétés diélectriques de polymères flexibles par la méthode de ligne de transmission couplée à un résonateur CSRR

G. Chehade<sup>1</sup>, A. Vena<sup>1</sup>, S. Jarrix<sup>1</sup>, B. Sorli<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> Université de Montpellier, Montpellier, France IES, UMR 5214, 860 Rue de St – Priest, Bâtiment 5, 34090 Montpellier. georges.chehade@umontpellier.fr

Résumé – Cette étude porte sur un résonateur carré complémentaire (complementary split ring resonator CSRR) utilisé pour mesurer la permittivité complexe d'un diélectrique. Le CSRR étudié est gravé dans un plan de masse et excité par couplage via une ligne microstrip. Sa fréquence de résonance se décale lorsqu'il est chargé par un diélectrique sous test (DST). En utilisant un logiciel commercial de simulation électromagnétique 3D, un modèle numérique reliant la fréquence de résonance à la permittivité du DST est proposé. Nous avons conçu et validé ce CSRR dans la bande de fréquence autour de 900MHz pour la caractérisation de polydiméthylsiloxane (PDMS) chargé avec des particules de carbone. Les résultats expérimentaux montrent que la permittivité peut être déterminée et confirme le modèle numérique développé.

Mots clés: caractérisation diélectrique, résonateur CSRR, permittivité complexe, PDMS (polydiméthylsiloxane).

#### 1. Introduction

Déterminer la permittivité des nouveaux matériaux est une étape cruciale dans le contexte de l'ingénierie RF et micro-ondes [1]. Par définition, il s'agit d'une mesure de la polarisabilité d'un matériau lorsqu'il est soumis à un champ électrique. Elle est exprimée par :

$$\varepsilon_r = \varepsilon_r' - j \cdot \varepsilon_r^{"} \tag{1}$$

La partie réelle de la permittivité  $(\varepsilon'_r)$  mesure la capacité d'un matériau à stocker l'énergie d'un champ électrique externe, tandis que la partie imaginaire  $(j, \varepsilon_r^{"})$  est la capacité à dissiper l'énergie, également connue sous le nom de facteur de perte [2].

Au fil du temps, de nombreuses méthodes ont été développées pour caractériser la permittivité complexe de diélectriques sur une large bande de fréquences, comme des méthodes en espace libre [3], ou à base de sondes coaxiales [4]. La méthode proposée ici, basée sur l'utilisation d'un CSRR [5][6] gravé dans le plan de masse d'une ligne micro-ruban présente plusieurs avantages, dont la facilité de préparation des échantillons, et surtout une structure planaire qui le rend facile à intégrer pour réaliser une caractérisation in-situ sous diverses conditions climatiques telles que l'humidité, la température et les gaz. L'originalité ici est d'effectuer une caractérisation diélectrique de polymère flexible (PDMS) chargé avec des particules de carbone aux alentours de 900 MHz. Aussi, nous apportons des éléments nouveaux avec une étude paramétrique sur la permittivité du substrat dans le but de maximiser la sensibilité pour caractériser des matériaux déposés en couches fines (qq. dizaines de  $\mu$ m).

Le document est organisé comme suit. La section 2 présente le résonateur CSRR et son utilisation pour déterminer la permittivité de diélectriques. La section 3 détaille le choix du substrat pour améliorer la sensibilité du CSRR. La section 4 se concentre sur une étude paramétrique du système CSRR-DST. Avant la conclusion, la section 5 présente des résultats expérimentaux concernant la caractérisation de PDMS chargé en particules de carbone avec différentes concentrations.

# 2. Résonateur CSRR et détermination de la permittivité

Les structures SRR se composent de deux anneaux métalliques carrés ou circulaires imbriqués l'un dans l'autre, et gravés sur un substrat diélectrique, avec des fentes situées sur les côtés opposés. Les SRR sont modélisés électriquement par un résonateur LC dont la fréquence de résonance est déterminée par sa géométrie [5]. Un exemple est donné Fig. 1 où les longueurs externes et internes sont notées *lout*, *lin*, la largeur du métal *w*, l'espace entre anneaux *s*, et la largeur des fentes *D*.

Le SRR complémentaire (CSRR), utilisé ici, possède un plan de masse autour du résonateur, contrairement au SRR simple. Les anneaux sont gravés dans le plan de masse sur la face opposée à la ligne microstrip d'alimentation. Ce type de structure est surtout connue pour la réalisation de filtres, mais il est moins utilisé pour la caractérisation de diélectriques [6].



Figure 1. Géométrie d'un SRR carré et son circuit équivalent électrique.

Le circuit équivalent à la structure du SRR est illustré Fig. 1. Il comporte des inductances dues aux lignes  $L_{ring}$ , des capacités liées aux anneaux  $C_{ring}$  et des capacités représentant les fentes  $C_{split}$ . [7]. La fréquence de résonance d'un CSRR carré à vide est donnée par la formule suivante :

$$f_{r\acute{e}s,\grave{a}\,vide} = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_{ring}(C_{ring}+C_{splits})}} \approx \frac{1}{2\pi\sqrt{L_{ring}C_{ring}}} \quad (2)$$

A vide la structure résonne selon (eq. 2). Lorsque un diélectrique sous tests (DST) est posé sur le CSRR, un changement dans la fréquence de résonance se produit. Dans ce cas, le décalage de fréquence est donné par:

$$\Delta f = f_{r\acute{e}s,\grave{a}\,vide} - f_{r\acute{e}s,charg\acute{e}e} \tag{3}$$

Le coefficient de transmission entre les deux ports de la ligne est mesuré ou simulé. Il fait apparaitre un creux correspondant à la fréquence de résonance du CSRR qui se décale en mode chargé. Ce décalage nous permet d'extraire la partie réelle  $\varepsilon'_r$  de la permittivité complexe. Pour déterminer la constante diélectrique du matériau sous test, une relation peut être établie par ajustement de courbe entre le carré de l'inverse de la fréquence de résonance  $(f_{rés}^{-2})$  et la permittivité.

La relation théorique entre le facteur de perte du DST et le facteur de qualité de DST est donnée par : [1]

$$\tan \delta = \frac{1}{Q_{DST}} = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \tag{4}$$

avec Q<sub>DST</sub> facteur de qualité de diélectrique sous test.

Le facteur de qualité de résonateur est donné par [1] :

$$Q_0 = \frac{\int res, a \, vlae}{\Delta f_{3dB}} \tag{5}$$

où  $\Delta f_{3dB}$  est la bande passante à -3 dB.



# Figure 2. Design du CSRR et exemple du décalage de fréquence de résonance pour un SRR à vide et chargé.

Pour démontrer la faisabilité d'utilisation du CSRR pour la caractérisation de DST, nous réalisons un CSRR carré dont la géométrie permet une résonance autour de 900MHz. Le CSRR est fabriqué sur un substrat Taconic RF35-A ( $\varepsilon_r = 3,5 \ et \ tan \ \delta = 0,0018$ ) d'épaisseur 1,6 mm et de surface 70mm x 50mm. Un plan de masse en cuivre, d'épaisseur t=0,035 mm, est gravé pour y insérer le CSRR ( $l_{out} = 18 \text{ mm}, l_{in} = 16 \text{ mm}, D = 0.5 \text{ mm}, w = 3.5 \text{ mm}, s =$ 2 mm) au centre du PCB et aligné avec la ligne microstrip. Ce matériau, de permittivité  $\varepsilon_r = 3,5$  et tan  $\delta = 0,0018$ servira plus tard de matériau de référence.

#### 3. Choix du substrat pour le CSRR

Des simulations sont réalisées avec le logiciel électromagnétique 3D CST MWS. Le solveur fréquentiel est utilisé avec un maillage local de 0,5 appliqué sur le CSRR. La ligne de transmission est connectée à deux ports « waveguide » adaptés à 50  $\Omega$ . Un DST de diamètre 41 mm est placé sur le SRR (cf. Fig. 3).

Le substrat affecte la fréquence de résonance du SRR. Par conséquent, pour choisir le substrat le plus approprié pour une sensibilité élevée, des simulations sont menées avec trois substrats différents, de permittivités relatives égales à 3.5, 6.5 et 10.2 respectivement et pour une même épaisseur.



#### Figure 3. Design sous CST du CSRR chargé par un DST circulaire.

Les coefficients de transmission  $S_{21}$  sont ensuite simulés pour l'extraction de la fréquence de résonance. Ces résultats sont présentés dans le Tableau 1.

Substrat	Permittivité	Fréquence de résonance simulée du CSRR à vide (GHz)
Taconic RF-35A	3.5	0.895
Rogers RO3006	6.5	0.704
Arlon AD1000	10.2	0.582

Tableau 1. Fréquence de résonance de S<sub>21</sub> simulé du CSRR à vide pour différents substrats.

A partir du Tableau 1, nous pouvons conclure qu'à vide, plus la permittivité du substrat est élevée, plus  $f_{rés,vide}$  est basse. Afin d'estimer la sensibilité des différents substrats (Taconic, Roger et Arlon), des DST d'épaisseurs différentes (2 et 6 mm) et de permittivités allant de 1 à 9 sont étudiés (cf. figure 4). Le substrat avec la permittivité diélectrique la plus basse présente un ( $\Delta f$ ) le plus élevé, donc la meilleure sensibilité.



Figure 4: Simulation du déplacement de la fréquence de résonance ( $\Delta f$ ) pour différentes valeurs de permittivité de substrats et différentes épaisseurs du DST.

D'après les résultats de la figure 4, le substrat « Taconic RF-35A » est choisi pour le reste de l'étude. Dans ce cas, la fréquence de résonance simulée et le facteur de qualité du CSRR à vide sont respectivement  $f_{res,vide} = 895$  MHz et  $Q_0 = 129,82$ .

#### 4. Etude paramétrique du système CSRR-DST

Nous effectuons des simulations du module de  $S_{21}$  sur le CSRR chargé par des DST cylindriques. La partie réelle des permittivités varie de 1 et 9, l'épaisseur de 0,2 à 20 mm, et les pertes, notées « tan $\delta$  », de 0 à 0,1.

# *4.a. Détermination de la partie réelle de la permittivité*

Avec le CSRR chargé apparaît un décalage dans la fréquence de résonance en fonction de la permittivité du DST. La courbe verte dans la Fig. 5 représente  $f_{res,vide}$ . En augmentant  $\epsilon_r$ , la fréquence de résonance diminue.



Figure 5. Module de S<sub>21</sub> pour des DST de différentes permittivités, d'épaisseur 2 mm et tan  $\delta = 0$ .

Pour déterminer la partie réelle de la permittivité, une solution possible [5] consiste à représenter le carré de l'inverse de la fréquence de résonance pour avoir une relation linéaire entre les variables.  $f_{res}^{-2}$  est extrait du module de S<sub>21</sub> simulé en fonction de la permittivité réelle correspondante  $\varepsilon'_r$  (cf. Fig. 6). La variation de  $f_{res}^{-2}$  avec  $\varepsilon'_r$  est linéaire et la pente dépend de l'épaisseur du DST.



Figure 6. Graphe en 3D de f<sub>res</sub>, <sub>chargé</sub> simulée en fonction de la partie réelle de la permittivité et de l'épaisseur du DST.

A partir des courbes ci-dessus, la constante diélectrique est exprimée mathématiquement (eq.6) par ajustement de courbe. Ainsi, la partie réelle de la permittivité  $\varepsilon'_r$  est fonction de  $f_{res}^{-2}$  et de l'épaisseur de l'échantillon t par :

$$\varepsilon_r = \frac{f_{r\acute{e}s}^{-2} - 1,09}{0,20 - 0,14.0,62^t} \tag{6}$$

La pente de la courbe obtenue dépend de l'épaisseur t du DST. Elle reste presque constante pour des épaisseurs t supérieures à 12 mm (cf. figure 6), limite supérieure d'épaisseur utilisable, et une limite inférieure de 10  $\mu$ m (cf. figure 7).



Figure 7. La permittivité *en* fonction  $f_{res}^{-2}$  pour différentes épaisseurs de DST.

#### 4.b. Facteur de qualité et détermination des pertes

La figure 8 montre l'impact du facteur de perte sur la fréquence de résonance. L'amplitude de  $S_{21}$  diminue avec l'augmentation des valeurs du facteur de perte.



Figure 8. Amplitude de S<sub>21</sub> simulé pour différents DST de pertes différentes et de 2mm d'épaisseur.

#### 5. Fabrication d'échantillons et mesures

Nous avons fabriqué des échantillons cylindriques de polydiméthylsiloxane (PDMS) et PDMS chargés en carbone noir (CB) en quantités allant de 5 à 25%. Le diamètre des échantillons est de 41 mm, de manière à couvrir la surface du CSRR. Les épaisseurs de DST varient de 2 à 20 mm. Le processus de fabrication est le suivant. Nous mélangeons une quantité précise de PDMS avec une quantité égale à 10 % de durcisseur. On ajoute ensuite un pourcentage de CB (5, 10, 17 et 25 %). Un mélange est effectué pendant une durée moyenne de 5 à 15 minutes avant d'être placé dans une chambre à vide pour éliminer les bulles d'air pendant environ 30 minutes. Puis il est versé dans un moule et placé dans un four à 70 °C pendant environ 2 heures. Puis l'échantillon est extrait du moule (cf. figure 9).



Figure 9. Process de fabrication du PDMS.

Le CSRR est connecté à un analyseur de réseau vectoriel après un calibration SOLT (short-open-load-through). Des expériences sont menées sur les différents DST fabriqués. Le tableau 2 montre la différence entre les valeurs de  $f_{res}$  simulées et mesurées. La différence maximale d'erreur n'est que de 1.2 %, validant le modèle numérique.



Figure 10. CSRR fabriqué.

Les tableaux 2 et 3 présentent des résultats pour du PDMS chargé avec différents pourcentages de carbone noir à 900 MHz. En guise de comparaison on peut citer les travaux présentes dans [8] qui donne des valeurs comprises entre 2.65 et 3.6, mais mesurées à f = 1 MHz. Comme attendu, l'ajout de carbone fait augmenter la permittivité.

XXIII<sup>èmes</sup> Journées Nationales Microondes, 5-7 juin 2024 – Antibes Juan-Les-Pins

	t	frés (GHz)	frés (GHz)	%Erreur
	(mm)	simulée	mesurée	
PDMS pur	2	0.815	0.814	0.2%
PDMS/	2	0.791	0.790	0.2%
5% CB				
PDMS /	2	0.77	0.78	1.2%
17% CB				
PDMS /	2	0.756	0.755	0.2%
25% CB				

Tableau 2. fres mesurées et simulées et leur pourcentage d'erreur, pour un CSRR chargé par du PDMS pur et avec différents pourcentages de carbone noir.

	ε <sub>r</sub> donné à 1 MHz [8]	ε <sub>r</sub> mesuré à 900 MHz (ce travail)
PDMS pur	2.60	2.6
PDMS /	2.65	2.7
5% CB		
PDMS /	3.60	3.5
25% CB		

#### Tableau 3. Valeurs de permittivité pour du PDMS pur et avec des pourcentages de carbone noir issues de la littérature et de nos mesures.

Bien que les fréquences soient différentes les valeurs mesurées sont relativement proches de la littérature.

Pour valider la mesure, la Fig. 11 montre les tracés du module de S<sub>21</sub> (dB) obtenus pour un échantillon de FR4 et de Taconic RF35-A, de même épaisseur t = 1,5 mm. Ces deux échantillons de référence ont des permittivités connues à priori. La fréquence de résonance mesurée et le facteur de qualité pour chaque DST sont ensuite confrontés au modèle numérique développé



Figure 11. Mesure du module de S<sub>21</sub> (dB) pour du FR4 et du Taconic, d'épaisseur 1,5 mm.

La constante diélectrique et les pertes correspondantes sont calculées en utilisant (5) et (6). Les résultats du tableau 4 montrent que la mesure de permittivité complexe à l'aide du SRR sur substrat Taconic sont proches de celles disponibles dans la littérature.

	Valeurs de la littérature		Valeurs mesurées (différence en %)	
	٤r	tan δ	٤r	tan δ
Taconic	3.5	0.0018	3.7	-
RF-35A			(5.7%)	
FR4	4.2-4.7	0.025	4.8	0.02
			(2.1%)	(20%)

Tableau 4. ε<sub>r</sub> pour des DST en Taconic et FR4, et pourcentage d'erreur entre ε<sub>r</sub> mesurées et simulées.

#### 6. Conclusion

Cet article présente un résonateur plan rectangulaire de type CSRR, conçu pour caractériser les permittivités de diélectriques, ici PDMS et PDMS chargé (avec carbone noir), à des fréquences allant jusqu'à 900 MHz. Le modèle de simulation développé permet l'extraction de permittivité inconnue d'un matériaux pour une épaisseur donnée.

Expérimentalement, nous avons démontré la possibilité d'extraire les propriétés du diélectrique testé en utilisant la fréquence de résonance et le facteur de qualité. L'importance de la structure proposée réside dans sa capacité à déterminer la constante diélectrique. Ceci en fait une excellente technique simple pour la caractérisation non destructive de diélectriques en hautes fréquences et en environnement contrôlé (température, humidité, gaz).

Les travaux futurs vont se focaliser sur l'augmentation de la fréquence de caractérisation ainsi que sur la caractérisation de matériaux dans un environnement climatique contrôlé pour des applications capteurs.

#### Références

[1] Alibakhshikenar M. et al., *« Design of a planar sensor based on split ring resonators for non-invasive permittivity measurments»*, Sensors 2023, 23, 5306.

[2] Masrakin, K. et al., *« Microstrip Sensor Based on Ring Resonator Coupled with Double Square Split Ring Resonator for Solid Material Permittivity Characterization»*, Micromachines 2023, 14, 790.

[3] Wee, F. et al., *«Free Space Measurement Technique on Dielectric Properties of Agricultural Residues at Microwave Frequencies»*, 2009 SBMO/IEEE MTT-S International Microwave and Optoelectronics Conference (IMOC), *Belem, Brazil, 2009, pp. 183-187.* 

[4] Dilman, I. et al., « A Method to Measure Complex Dielectric Permittivity with Open-Ended Coaxial Probes». In IEEE TIM, vol. 71, pp. 1-7, 2022, no. 6000507.

[5] Ansari M., et al., « *Design and application of the CSRR-Based planar sensor for non-invasive measurement of complex permittivity*», in *IEEE Sensors Journal*, vol. 15, no. 12, pp. 7181-7189, Dec. 2015.

[6] Garg, P. et al. *«Design and Analysis of Complimentary Split Ring Resonator Backed Microstrip Transmission Line Using Equivalent Circuit Model».*, ISSN 1064-2269, Journal of Communications Technology and Electronics, 2018, Vol. 63, No. 12, pp. 1424–1430.

[7] Bakir, M. et al., *«Metamaterial Sensor for Transformer Oil, and Microfluidics»*. ACES journal, Vol. 34, No. 5, May 2019.

[8] Shivashakar, H. et al., « Investigation on dielectric properties of PDMS based nanocomposites», Phys B Condensed Matter, 602 (2021), Article 412357.