



HAL
open science

Apport de la fabrication additive à la réalisation de résonateurs diélectriques céramiques

Thomas Lavie, Laurent Le Gendre, Matthew Julian, Ratiba Benzerga, Ala Sharaiha, François Cheviré, Claire Le Paven

► **To cite this version:**

Thomas Lavie, Laurent Le Gendre, Matthew Julian, Ratiba Benzerga, Ala Sharaiha, et al.. Apport de la fabrication additive à la réalisation de résonateurs diélectriques céramiques. XXIIIèmes Journées Nationales Microondes, Jun 2024, Antibes Juan-Les-Pins, France. hal-04758427

HAL Id: hal-04758427

<https://hal.science/hal-04758427v1>

Submitted on 29 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.

Apport de la fabrication additive à la réalisation de résonateurs diélectriques céramiques

T. Lavie¹, L. Le Gendre¹, M. Julian¹, R. Benzerga¹, A. Sharaiha¹, F. Cheviré², C. Le Paven¹

¹ Univ Rennes, CNRS, IETR-UMR 6164, F-35000 Rennes, France.

² Univ Rennes, CNRS, ISCR-UMR 6226, F-35000 Rennes, France.
thomas.lavie@univ-rennes.fr

Résumé – Ce travail porte sur la réalisation de résonateurs diélectriques à géométries complexes par fabrication additive dans le but de contrôler leur permittivité effective. Pour cela, plusieurs échantillons cylindriques en alumine, intégrant différentes fractions volumiques d'inclusions d'air, et différents types d'inclusions (cylindriques, gyroïdes) ont été élaborés et caractérisés. La permittivité effective a ainsi pu être réduite de 9,4 pour un échantillon massif d'alumine à 2,0 pour un échantillon contenant 83 %_{vol} d'inclusions. Les permittivités expérimentales ont été comparées à deux modèles de loi de mélange.

1. Introduction

Avec les progrès des technologies de télécommunication, il est essentiel de développer des matériaux diélectriques présentant en hyperfréquences une permittivité ajustée à l'application visée et à sa bande de fréquences, et des pertes diélectriques les plus faibles possibles. Les techniques de fabrication additive (FA) peuvent jouer un rôle dans la réalisation de formes complexes et le contrôle de la permittivité effective de résonateurs diélectriques employés, par exemple, dans des antennes à résonateur diélectrique (ARD).

Les matériaux céramiques diélectriques montrent des performances souvent inégalées par rapport aux autres types de matériaux (notamment polymères) en termes de tenue mécanique, d'inertie chimique et de stabilité thermique, et ceci associé à des pertes diélectriques très faibles et tout un panel de valeurs de permittivité en raison de la grande flexibilité des compositions chimiques. En petite série, la mise en forme des céramiques était, jusqu'à peu, restreinte à des formes assez simples car ce matériau, fragile, ne peut être usiné que difficilement et l'accès à des formes complexes par moulage est trop coûteux. Les techniques d'impression 3D actuelles ouvrent le champ des possibles [1]–[4], tout particulièrement dans les dispositifs hyperfréquences où des formes complexes / conformées / composites vont permettre d'accéder à de nouvelles fonctionnalités. La fabrication additive présente également une très grande versatilité car la géométrie des pièces peut être changée par simple ajustement de sa topologie dans le logiciel de conception.

Dans cet article, nous présentons un exemple de l'apport de la fabrication additive à la réalisation de résonateurs diélectriques en matériaux céramiques. Nous proposons de réaliser des résonateurs diélectriques présentant des permittivités adaptables, non pas en changeant la nature du matériau constituant le résonateur, mais en introduisant, de façon contrôlée, des inclusions d'air dans le résonateur. Notre étude concerne donc la fabrication de composites céramique/air, et nous présentons ici des résonateurs en alumine, utilisée comme matériau-test.

2. Expérimental

2.a Fabrication additive

La fabrication additive des pièces céramiques s'est déroulée en trois étapes : la conception numérique des éléments, leur réalisation par impression 3D sous forme de composites résine-particules céramiques et leur traitement thermique permettant d'obtenir in-fine des pièces denses purement céramiques.

Les géométries ont été conçues procéduralement sur le logiciel Blender, puis exportées au format STL pour être découpées par le logiciel CeraFab Control (LITHOZ).

Les pièces ont ensuite été produites sur la machine de fabrication additive CeraFab L30 (LITHOZ). Le principe de l'impression repose sur la photopolymérisation par un projecteur de lumière (visible-proche UV) d'une résine étalée couche par couche. Dans ce travail, nous avons utilisé la résine LithaLox 350 (livrée sous forme de cartouches) menant à des pièces en alumine Al_2O_3 ; les conditions d'impression sont une hauteur de couche de 25 μm et une énergie de 100 mJ/cm^2 . Post-impression, les pièces sont nettoyées par projection du solvant LithaSol 20 (LITHOZ) puis d'éthanol avec une pression comprise entre 2 et 6,5 bars en fonction de la fragilité des géométries. Cette étape de nettoyage est essentielle afin d'enlever toute trace de résine non-polymérisée.

Les pièces sont finalement déliantées à $T < 1100^\circ C$ (calcination de la résine organique), puis frittées à $1650^\circ C$ (densification des pièces), selon les cycles thermiques fournis par LITHOZ.

2.b Caractérisations physico-chimiques

La masse volumique expérimentale de l'alumine ($\rho_{Al_2O_3}$) est déterminée par la méthode de la poussée d'Archimède sur pièces massives. La densité relative (D) des pièces est ensuite calculée selon la relation :

$$D (\%) = \frac{\rho_{Al_2O_3}}{\rho_{théo}} \times 100 \quad (1)$$

avec $\rho_{théo}$, masse volumique théorique = 3,99 g.cm⁻³.

La densité relative définit, indirectement, la quantité de porosités (microscopiques) du matériau.

Ici nous avons volontairement ajouté des porosités macroscopiques, que nous appelons « inclusions », intégrées dans la structure et quantifiées par la fraction volumique d'inclusions (FVI), selon la relation :

$$FVI (\%_{vol}) = \frac{\left(v - \frac{m}{\rho_{Al_2O_3}}\right)}{v} \quad (2)$$

avec v , le volume extérieur du cylindre mesuré et m , la masse mesurée.

La morphologie de surface des pièces a été caractérisée par microscopie électronique à balayage en utilisant un appareil JEOL IT 100.

2.c Caractérisations diélectriques

Les mesures diélectriques sur pièces cylindriques ont été effectuées à l'aide d'une cavité résonante QWED $TE_{01\delta}$ (1-16 GHz) connectée par câbles coaxiaux à un analyseur de réseau Anritsu MS4644B après calibration par la méthode SOLT. La fréquence de résonance et le facteur de qualité de la cavité chargée sont extraits du coefficient de transmission S_{21} pour déterminer, grâce aux logiciels fournis par QWED, les valeurs de la permittivité effective ϵ_{reff} et des pertes diélectriques effectives $\tan\delta_{eff}$ des échantillons mesurés.

3. Résultats et discussion

Le but de cette étude est d'utiliser la fabrication additive pour faire varier à façon la permittivité de pièces céramiques. Pour cela, on réalise des composites alumine/air, c'est-à-dire des pièces d'alumine ayant une porosité macroscopique, et donc une permittivité effective, contrôlées. Plusieurs types d'inclusions d'air sur une géométrie cylindrique (diamètre = 16 mm, hauteur = 6 mm) ont ainsi été testés.

3.a Fabrication et propriétés d'un échantillon massif d'alumine

Afin de vérifier les caractéristiques diélectriques du matériau fabriqué par notre équipement de FA, nous avons d'abord réalisé des pièces d'alumine massives.

La mesure diélectrique des échantillons indique une permittivité moyenne $\epsilon_r = 9,4 \pm 0,03$ @ 6,8 GHz et des pertes diélectriques $\tan\delta = 1,2 \times 10^{-4} \pm 2 \times 10^{-6}$. Ces valeurs sont conformes aux valeurs disponibles dans la littérature pour l'alumine [5]–[7], notamment celles fournies par

LITHOZ ($\epsilon_r = 9,5$). Les pièces montrent une densité relative élevée $D = 96,4 \% \pm 0,7$.

3.b Choix des géométries

La façon la plus simple d'introduire des inclusions d'air est de créer des inclusions cylindriques sur la hauteur des cylindres (Figure 1.a). Sur ces structures, dites en treillis, la diminution de la quantité de matière ne peut se faire qu'en diminuant l'épaisseur des parois et, conjointement, en augmentant le nombre d'inclusions. Ceci fragilise fortement les pièces et limite les valeurs de FVI atteintes.

L'utilisation de géométries gyroïdes [8] permet de palier à ce problème en fabriquant des pièces avec des FVI au-delà de 50 %. Le gyroïde est une surface minimale triplement périodique, c'est-à-dire, une forme tridimensionnelle minimisant son aire et qui sépare l'espace en deux labyrinthes de passages opposés (Figure 1.b). Cette surface minimale est idéale pour la fabrication additive car elle ne nécessite pas l'utilisation de supports pour les pièces durant leur impression, et permet l'évacuation de la résine au travers du réseau des canaux interconnectés lors du nettoyage. In-fine, cette structure possède une résistance mécanique importante malgré une densité relative faible [8], [9].

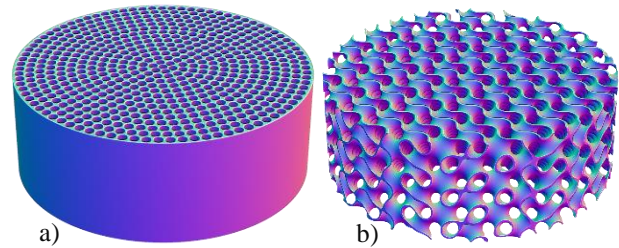


Figure 1 : Schéma de cylindres à a) structure en treillis et b) structure gyroïde.

Tout point appartenant à la surface gyroïde satisfait l'équation suivante [9] :

$$\sin x \cos y + \sin y \cos z + \sin z \cos x = 0 \quad (3)$$

avec x , y et z les coordonnées cartésiennes de chaque point du volume dans lequel est incluse la surface gyroïde.

Pour que la structure gyroïde puisse être fabriquée, il faut ajouter une variable d'ajustement C à la relation (3), qui permet 'd'épaissir' la surface, créant ainsi un volume. On obtient alors une géométrie gyroïde dont les parois sont définies par :

$$[\sin x \cos y + \sin y \cos z + \sin z \cos x]^2 = C^2 \quad (4)$$

L'épaisseur des parois du gyroïde peut être contrôlée en variant le paramètre C entre 0 et 1,5 (0 = surface d'épaisseur nulle ; 1,5 = volume plein, annihilation des canaux), ce qui permet de contrôler la FVI de la géométrie. Son évolution en fonction de C est présentée Figure 2.

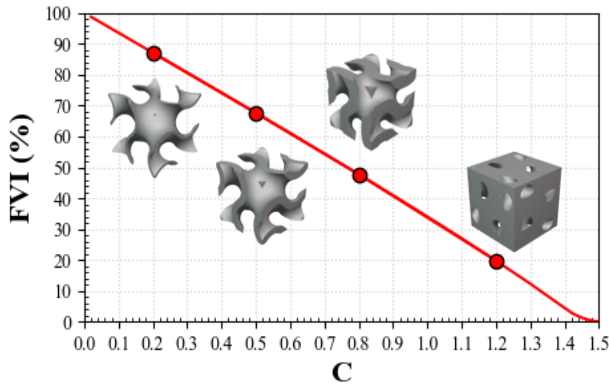


Figure 2 : Evolution de la FVI en fonction de C pour une cellule unitaire gyroïde.

3.c Réalisation des pièces cylindriques à porosité contrôlée

La réalisation des céramiques à structure en treillis montre la difficulté de fabrication de ces pièces car au-delà d'une FVI de 50 %, les parois deviennent trop fines et les inclusions trop nombreuses, donc trop petites, pour permettre une impression et un nettoyage des pièces conforme à l'attendu. Nous avons réussi à imprimer des pièces jusqu'à une FVI de 49 % (Figure 3).

A contrario, la fabrication des cylindres à géométrie gyroïde permet d'imprimer des pièces jusqu'à une FVI = 83 % (Figure 3), dont l'état de surface est montré en Figure 4. On distingue nettement la fabrication couche par couche de la pièce, avec une épaisseur de paroi proche de 150 μm .

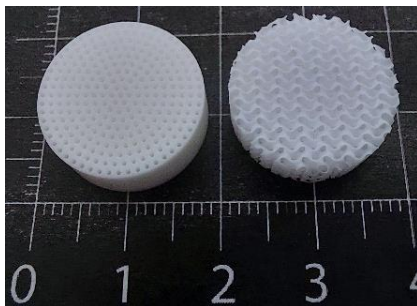


Figure 3 : Photographies des géométries treillis, à gauche, et gyroïde, à droite.

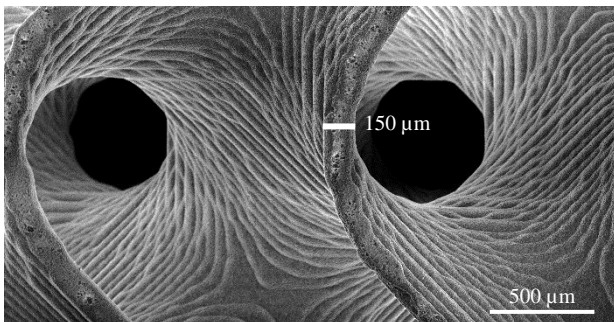


Figure 4 : Observation MEB d'un cylindre gyroïde (C=0,175).

3.d Caractérisation de la permittivité effective et comparaison à des modèles existants

Les permittivités effectives mesurées avec la méthode de la cavité résonante sont présentées Figure 5.

La permittivité la plus élevée correspond au cylindre massif d'alumine, dont nous avons mesuré la densité relative à 96,4 % et la permittivité à $\epsilon_r = 9,4$ @ 6,8 GHz. Pour les géométries en treillis, la FVI la plus importante est de 49 %, et nous mesurons une permittivité effective $\epsilon_{eff} = 4,0$ @ 9,9 GHz. Pour les géométries gyroïdes, la FVI maximale est égale à 83 % et la permittivité effective mesurée $\epsilon_{eff} = 2,0$ @ 12,7 GHz.

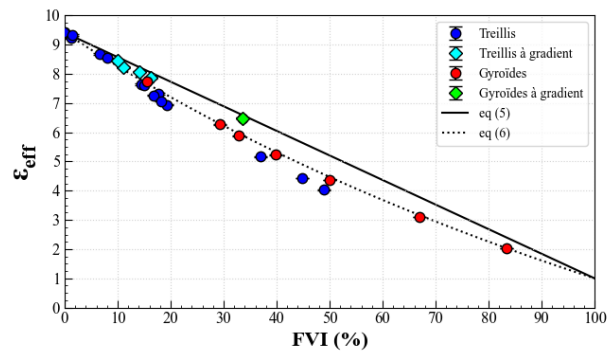


Figure 5 : Evolution de ϵ_{eff} en fonction de FVI et comparaison à différents modèles (mesure à quelques gigahertz en cavité résonante).

Nous sommes donc parvenus à faire varier la permittivité de cylindres de $\epsilon_r = 9,4$ @ 6,8 GHz à $\epsilon_{eff} = 2,0$ @ 12,7 GHz, non pas en jouant sur le matériau, mais en insérant dans la structure des porosités macroscopiques, ce que permet la fabrication additive. L'autre résultat important est que la mesure en cavité à résonateur diélectrique est apte à rendre compte des permittivités effectives de composites alumine/air.

Nous avons comparé nos valeurs expérimentales à celles théoriques de deux lois de mélanges. Le modèle le plus simple est le modèle dit en parallèle, qui correspond à une simple addition des contributions de l'alumine et de l'air à la permittivité du mélange [10] :

$$\epsilon_{eff} = V_i \epsilon_i + V_{Al_2O_3} \epsilon_{Al_2O_3} \quad (5)$$

avec ϵ_{eff} la permittivité effective du composé, V_i et ϵ_i les fraction volumique et permittivité des inclusions d'air, $V_{Al_2O_3}$ et $\epsilon_{Al_2O_3}$ les fraction volumique et permittivité de l'alumine.

Nous observons en Figure 5 que ce modèle ne représente pas correctement l'évolution de la permittivité de nos échantillons dont les FVI sont comprises entre 15 et 83 %, qu'il s'agisse des géométries en treillis ou gyroïdes.

Un deuxième modèle a été utilisé dit de Maxwell-Garnett [10], considérant un milieu homogène contenant des inclusions sphériques isolées :

$$\epsilon_{eff} = \epsilon_{Al_2O_3} \left(1 - \frac{3V_i(\epsilon_{Al_2O_3} - 1)}{2\epsilon_{Al_2O_3} + 1 - V_i + V_i\epsilon_{Al_2O_3}} \right) \quad (6)$$

Ce modèle est reporté comme incertain pour des concentrations d'inclusions importantes [10], [11], cependant nous notons une bonne adéquation entre nos valeurs et les valeurs théoriques de ce modèle. Cela est particulièrement vrai pour les géométries gyroïdes et ce même lorsque les FVI sont importantes. On note tout de même un écart non négligeable pour les géométries en treillis, qui pourrait s'expliquer par l'inhomogénéité de la géométrie et donc de la porosité.

3.e Réalisation des pièces cylindriques à gradient de porosité

Dans une visée d'antenne à résonateur diélectrique, et afin de garantir une bonne adaptation de l'antenne tout en lui apportant une miniaturisation, il peut être intéressant d'utiliser des résonateurs présentant un gradient de permittivité important entre la surface du résonateur en contact avec l'air et la surface reposant sur le substrat d'antenne. La fabrication additive nous permet de produire ces gradients en des pièces monoblocs.

Pour les géométries en treillis, il est possible d'obtenir un gradient de la FVI sur la hauteur des pièces en remplaçant les inclusions cylindriques par des inclusions coniques. De même, pour les géométries gyroïdes, un gradient de FVI peut être créé le long de la hauteur du cylindre en remplaçant la valeur fixe de C par une fonction affine selon z.

La géométrie en treillis à gradient permet d'accéder à un gradient de FVI allant de 0 à 82 % suivant l'axe z, correspondant à une permittivité théorique variant de 9,5 à 2,5, avec une valeur effective à $\epsilon_{\text{eff}} = 7,9$. Trois pièces avec une telle géométrie ont été fabriquées et nous mesurons $\epsilon_{\text{eff}} = 8,1 \pm 0,3$ @ 7,2 GHz.

La géométrie gyroïde à gradient permet quant à elle une variation de FVI de 0 à 95 %, soit un ϵ_{eff} théorique de 9,5 à 1,7 et une permittivité effective à 5,8. La permittivité mesurée est $\epsilon_{\text{eff}} = 6,5$ @ 8,0 GHz. L'écart, observé ici entre les permittivités diélectriques effectives mesurée et théorique vient probablement d'un écart à la géométrie attendue qui ne peut pas être mesuré expérimentalement par les techniques utilisées ici.

4. Conclusion et perspectives

Ces travaux ont permis la mise en œuvre de résonateurs diélectriques céramiques à géométries complexes irréalisables avec les procédés traditionnels. Nous avons validé la réalisation de pièces cylindriques à porosité contrôlée et à gradient de porosité, qui pourront être intégrés dans des antennes à résonateur diélectrique. Ces géométries permettent le contrôle de la fraction volumique d'inclusions dans la gamme 0 – 83 % et de la permittivité effective entre 9,5 et 2,0. Les géométries à inclusions cylindriques sont les plus adaptées pour fabriquer des résonateurs avec des FVI faibles (< 50 %) tandis que les géométries gyroïdes sont plus adéquates pour les FVI élevées (> 50 %). Des structures à gradient

ont été fabriquées qui permettent, théoriquement, de varier la permittivité de 9,5 à 1,7 sur une même pièce. Les géométries à gradient nécessitent une caractérisation plus avancée, notamment en configuration d'antenne, afin d'en évaluer l'effet sur les performances de rayonnement. Le passage à un matériau de permittivité plus élevée (par exemple, la zircone avec $\epsilon_r = 28$), tout en utilisant la même technologie d'impression est la prochaine étape de notre travail afin de bénéficier d'une plus grande plage de variation de la permittivité effective et d'une plus grande miniaturisation de l'antenne.

5. Remerciements

Ce travail a été soutenu par l'Union Européenne à travers le Fonds Européen de Développement Régional (FEDER) et par le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche, Région Bretagne, Département des Côtes d'Armor et Saint Briec Armor Agglomération à travers les Projets CPER MATECOM et SOPHIE-STICC. Ce travail a bénéficié de l'équipement de la Plateforme de recherche MATRIX de l'IETR, Université de Rennes.

6. Références

- [1] X. Zhang *et al.*, *Additive manufacturing of zirconia ceramics: a state-of-the-art review*, Journal of Materials Research and Technology, vol. 9, n° 4, p. 9029-9048, juill. 2020.
- [2] J. S. Pelz *et al.*, *Additive manufacturing of structural ceramics: a historical perspective*, Journal of Materials Research and Technology, vol. 15, p. 670-695, nov. 2021.
- [3] Z. Chen *et al.*, *3D printing of ceramics: A review*, Journal of the European Ceramic Society, vol. 39, n° 4, p. 661-687, avr. 2019.
- [4] S. A. Rasaki *et al.*, *Photopolymerization-based additive manufacturing of ceramics: A systematic review*, J Adv Ceram, vol. 10, n° 3, p. 442-471, juin 2021.
- [5] D. D. Marco *et al.*, *Dielectric Properties of Pure Alumina from 8 GHz to 73 GHz*, Journal of the European Ceramic Society, vol. 36, n° 14, p. 3355-3361, nov. 2016.
- [6] C.-L. Huang *et al.*, *Sintering Behavior and Microwave Dielectric Properties of Nano Alpha-Alumina*, Materials Letters, vol. 59, n° 28, p. 3746-3749, déc. 2005.
- [7] S. J. Penn *et al.*, *Effect of Porosity and Grain Size on the Microwave Dielectric Properties of Sintered Alumina*, Journal of the American Ceramic Society, vol. 80, n° 7, p. 1885-1888, janv. 2005.
- [8] A. H. Schoen, *Infinite periodic minimal surfaces without self-intersections*, C-98, mai 1970.
- [9] D. Li *et al.*, *Comparison of Mechanical Properties and Energy Absorption of Sheet-Based and Strut-Based Gyroid Cellular Structures with Graded Densities*, Materials, vol. 12, n° 13, Art. n° 13, janv. 2019.
- [10] Y. Chen *et al.*, *Microwave and terahertz properties of porous Ba4(Sm,Nd,Bi)28-3Ti18O54 ceramics obtained by sacrificial template method*, J. Am. Ceram. Soc., vol. 104, no 11, p. 5679 5688, nov. 2021.
- [11] S. Orłowska, *Conception et prédiction des caractéristiques diélectriques des matériaux composites à deux et trois phases par la modélisation et la validation expérimentale*, Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 2003.