

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 483 689

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21) **N° 81 08584**

(54) Radome céramique à bande large, son procédé de fabrication et le produit obtenu par ce procédé.

(51) Classification internationale (Int. Cl. 3). H 01 Q 1/42; C 04 B 35/14, 35/58 // B 64 C 1/36.

(22) Date de dépôt..... 29 avril 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : EUA, 30 avril 1980, n° 06/147 889.

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 49 du 4-12-1981.

(71) Déposant : Société dite : HUGHES AIRCRAFT CO., résidant aux EUA.

(72) Invention de : Hyman Leggett.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Rinuy, Santarelli,
14, av. de la Grande-Armée, 75017 Paris.

L'invention concerne les radomes céramiques à bande large, et plus particulièrement un radome multicouches précontraint comportant des couches alternées de nitrure de silicium et de silice fondu.

5 Dans divers types d'aéronefs et de missiles portant un équipement radar, une antenne est montée dans le nez de l'appareil et est recouverte d'une surface aérodynamique appropriée ou radome. Le radome doit être réalisé en matière suffisamment résistante pour supporter les 10 forces aérodynamiques auxquelles il peut être soumis, et il doit en même temps être hautement transparent à l'énergie du radar et ne doit pratiquement pas engendrer de distorsion dans cette énergie.

15 Un radome fonctionnant à la température élevée correspondant à des aéronefs et des missiles se déplaçant à des vitesses supersoniques doit posséder les propriétés suivantes :

1. un rendement de transmission de puissance élevé sur une large bande de fréquences radar ;
- 20 2. une grande résistance à l'érosion par la poussière, les particules et la pluie ; et
3. une grande résistance aux détériorations dues aux contraintes engendrées par d'importantes différences de températures.

25 Les caractéristiques électriques des matériaux les plus importantes à considérer lors de la conception d'un radome sont la constante diélectrique et la tangente de l'angle de pertes. Pour un rendement de transmission de puissance acceptable, il faut que la constante diélectrique (ϵ) et que la tangente de l'angle de pertes (tangente δ) aient respectivement des valeurs inférieures à 10 et 0,01. On a conçu des radomes monolithiques ou à paroi pleine destinés à former des parois minces ou des parois demi-ondes, du point de vue électrique, pour obtenir un rendement de transmission de puissance maximal à la fréquence nominale. L'épaisseur physique nominale équivalant à une épaisseur électrique de $\lambda/2$ diminue lorsque la constante diélectrique augmente. Si l'épaisseur physique devient trop faible pour supporter les 30 35

charges aérodynamiques, on augmente ensuite cette épaisseur en la multipliant par un multiple de deux, ce qui donne une paroi du deuxième ordre, du troisième ordre ou d'un ordre plus élevé. Cependant, lorsque l'ordre d'épaisseur de la

5 paroi et l'angle d'incidence augmentent, le rendement de transmission diminue. Par conséquent, l'épaisseur physique d'un radome à paroi pleine constitue un compromis entre les charges limites, l'angle d'incidence et le poids résultant des ordres croissants de l'épaisseur électrique de la paroi.

10 Le rendement de transmission est également influencé par tout écart à partir de l'épaisseur nominale. Lorsque les écarts à partir de l'épaisseur nominale augmentent, la diminution du rendement de transmission de puissance devient plus importante avec l'accroissement de la constante diélectrique 15 et de la fréquence. Aux basses fréquences, les tolérances d'épaisseur de la paroi peuvent être grandes, alors qu'aux fréquences élevées, les tolérances sont plus strictes. Le rendement de transmission nominal peut être maintenu à un niveau élevé avec de grandes tolérances sur l'épaisseur de la 20 paroi par l'utilisation d'une paroi conçue de manière à être mince du point de vue électrique, équivalant à $\lambda/10$ ou moins. Cependant, l'épaisseur physique de ces parois est très faible et elle est en général insuffisante pour supporter les charges aérodynamiques.

25 Des matières céramiques présentant des propriétés diélectriques permettant leur utilisation comme radomes à paroi pleine sont généralement limitées au nitrure de silicium, à l'alumine, à la silice, à la matière du type "PYROCERAM 9606" (marque commerciale de la firme Corning 30 Glass Corp., Corning, NY ; Etats-Unis d'Amérique), à la cordiérite, à la mullite et à l'oxyde de beryllium. Aucune de ces matières utilisée seule pour une paroi monolithique, ayant la constante diélectrique et la tangente de l'angle de pertes demandés et inférieurs respectivement à 10,0 et 0,01, 35 ne satisfait les critères d'un rendement de transmission élevé et d'une grande résistance à l'érosion par la pluie et aux contraintes thermiques, demandés pour un radome destiné à protéger des antennes travaillant sur une large bande de

fréquences. En général, le rendement de transmission sur bande large d'un radome monolithique ou à paroi pleine augmente lorsque la constante diélectrique diminue. La silice fondue coulée en barbotine présente la constante diélectrique la plus faible des matériaux précédents (3,36) et présente également un bon rendement de transmission dans une bande large sur un spectre limité. En raison de son faible coefficient de dilatation, elle constitue le plus résistant des matériaux précédents aux détériorations dues aux contraintes thermiques différentielles. Cependant, la silice fondue coulée en barbotine présente la plus mauvaise résistance à l'érosion par la pluie et aux chocs des particules. L'alumine, qui est le plus dur des matériaux précédents et le plus résistant à l'érosion par la pluie et aux chocs des particules, présente la plus faible résistance aux détériorations par les contraintes thermiques. Cependant, en raison de sa constante diélectrique élevée (9,0 à 10,0), l'alumine constitue le matériau le plus faible pour un radome céramique à bande large.

Outre les structures à paroi pleine, des stratifiés "A", "B" et "C" et des structures multicouches peuvent être considérés pour l'obtention d'un rendement de transmission de puissance élevé sur une large bande de fréquences. Le stratifié "A" comprend une âme à faible constante diélectrique placée entre deux pellicules à constante diélectrique élevée. La constante diélectrique de l'âme est en général inférieure à la racine carrée de la constante diélectrique des pellicules superficielles, avec une épaisseur électrique équivalant à un multiple impair d'environ $\lambda/4$. La faible constante diélectrique de l'âme d'un radome céramique est généralement obtenue par réduction de la densité, c'est-à-dire accroissement de la porosité. Bien que des stratifiés "A" présentent une transmission de puissance efficace, ils sont très sensibles aux variations de fréquence et d'angle d'incidence. Leur comportement se dégrade sensiblement au-dessus d'angles d'incidence de 60°. En outre, les stratifiés "A" ne supportent pas les différences de contraintes thermiques apparaissant aux vitesses supérieures à Mach 3.

La configuration d'un stratifié "B" comprend une âme mince et dense en matière à constante diélectrique élevée, et deux pellicules superficielles épaisses en matière à constante diélectrique inférieure. La constante diélectrique de l'âme est en général supérieure au carré de la constante diélectrique des pellicules superficielles. Par exemple, le brevet des Etats-Unis d'Amérique N° 3 780 374 décrit une structure de radome à trois couches comprenant une seule couche formée d'une plaque diélectrique de toute épaisseur souhaitée, ayant une constante diélectrique E_r , et deux couches d'adaptation diélectriques placées de part et d'autre de la plaque et ayant chacune une constante diélectrique moyenne de $E_r^{1/2}$ et une épaisseur égale à un multiple impair de $\lambda/4$, où λ est la longueur d'onde de la couche d'adaptation.

Le stratifié "B" possède généralement un rendement de transmission de puissance supérieur à celui du stratifié "A", mais, étant donné que le matériau poreux à faible constante diélectrique est situé sur la face extérieure du radome, son utilisation dans un missile à hautes performances, soumis à des températures élevées, n'est pas possible.

La configuration du stratifié "C" comprend deux stratifiés "A" contigus. La sensibilité à la fréquence, à l'angle d'incidence et à la polarisation est moindre que celle des stratifiés "A" ou "B".

L'accroissement du nombre de couches et l'optimisation des épaisseurs résultent en un rendement de transmission de puissance plus élevé sur des spectres spécifiés à bande large et réduisent la sensibilité à la polarisation et aux angles d'incidence élevés par rapport aux stratifiés "A", "B" ou "C" comme décrit, par exemple, dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique N° 3 002 190. De plus, les couches multiples offrent un rapport rigidité/poids plus élevé que celui obtenu dans les radomes classiques à paroi monolithique. Le rendement de transmission d'un système multicouches augmente lorsque (1) la constante diélectrique des pellicules superficielles et de l'âme diminue, (2) le

nombre de couches augmente, et (3) l'épaisseur des pellicules superficielles diminue. Le respect de la deuxième condition dépend du taux d'accroissement du rendement de transmission pouvant être obtenu par un accroissement du nombre de 5 couches. La diminution de l'épaisseur des pellicules superficielles pour minimiser les réflexions dépend des critères de charge demandés et des techniques de fabrication.

Des structures à couches multiples d'alumine, optimisées pour présenter un rendement de transmission de 10 puissance maximal sur une large bande de fréquences, ont un comportement moins efficace que celui de parois de silice minces du point de vue électrique. Les structures à plusieurs couches d'alumine présentent une excellente résistance aux chocs des particules, mais ont un mauvais comportement 15 lorsqu'elles sont soumises à l'érosion par la pluie aux nombres de Mach élevés.

Les brevets des Etats-Unis d'Amérique N° 3 195 138, N° 3 292 544 et N° 3 396 396 décrivent des exemples d'autres configurations de radomes.

20 L'invention concerne donc un radome céramique à bande large conçu pour transmettre efficacement de l'énergie à haute fréquence et pour supporter les contraintes résultant de différences de température. Le radome selon l'invention comprend un élément profilé et rigide comportant une paroi 25 qui présente une surface extérieure sensiblement convexe et une surface intérieure sensiblement concave, la paroi étant constituée de couches alternées de nitrure de silicium et de silice fondue, comprenant une couche de nitrure de silicium à chacune des surfaces extérieure et intérieure et au moins une 30 couche supplémentaire de nitrure de silicium à l'intérieur même de la paroi.

Le radome est fabriqué par un procédé qui consiste :

35 (a) à former une première couche constituée de silice fondue ayant reçu des additifs lui conférant une certaine perméabilité et un retrait minimal, et cuite à une température particulière ;

(b) à former, sur une première surface de la première couche, une deuxième couche constituée de nitrure de silicium perméable, déposée sensiblement à la même température que celle utilisée pour former la première couche ;

5 (c) à former sur la deuxième couche une troisième couche constituée de silice fondu perméable, cuite sensiblement à la même température ;

10 (d) à former sur la troisième couche une quatrième couche constituée de nitrure de silicium dense, déposée sensiblement à la même température ; et

15 (e) à former sur la surface apparente de la première couche une cinquième couche constituée de nitrure de silicium dense, déposée sensiblement à la même température.

Le radome céramique à bande large selon l'invention comprend des couches alternées de nitrure de silicium et de silice fondu et il est traité à des températures élevées afin qu'on obtienne un état précontraint *in situ*. La résistance aux contraintes thermiques, à l'érosion par la pluie, aux chocs des particules, aux charges aérodynamiques 20 et à la propagation des fissures est élevée, tandis qu'un rendement de transmission élevé est maintenu sur une large bande de fréquences radar.

25 L'invention sera décrite plus en détail en regard du dessin annexé à titre d'exemple nullement limitatif et sur lequel la figure unique est une coupe partielle du radome céramique selon l'invention.

La figure représente un exemple de radome céramique à bande large selon l'invention. Une partie du radome céramique 10, qui présente une surface extérieure 11 sensiblement convexe et une surface intérieure 12 sensiblement concave, est représentée en coupe et comprend cinq couches :

35 une couche 13 constituée de silice fondu qui a reçu des additifs afin d'acquérir une certaine perméabilité et un retrait minimal à une température particulière de cuisson, par exemple 1200°C ;

une couche 14 constituée de nitrure de silicium perméable, formée *in situ*, sensiblement à la même température que celle utilisée pour former la couche 13 ;

une couche 15 constituée de silice fondue perméable formée sensiblement dans les mêmes conditions que la couche 13 ; et

5 des couches 16 et 17 constituées de nitrure de silicium dense déposées *in situ* sensiblement à la même température que celle utilisée pour former la couche 13.

L'épaisseur des couches de silice s'étend d'environ 3,048 à 4,064 mm, alors que l'épaisseur des couches de nitrure de silicium s'étend d'environ 0,254 à 0,381 mm. 10 Ces épaisseurs sont compatibles avec des fréquences radar d'environ 2 à 18 GHz et elles correspondent à un rendement de transmission optimal compatible avec l'intégrité de la structure. Dans le cas de couches d'épaisseur inférieure à ces valeurs, des problèmes de structure apparaissent, alors 15 que dans le cas de couches plus épaisses, le rendement de transmission est réduit. La valeur de l'épaisseur des couches de silice fondu est de préférence choisie en fonction de la fréquence de fonctionnement prévue pour le radar, les valeurs étant d'autant plus basses que les fréquences sont élevées. 20 La plage d'épaisseur de la couche de nitrure de silicium correspond à une couche "électriquement mince", qui est habituellement définie comme une valeur inférieure à environ $\lambda/10$ à $\lambda/20$.

La structure multicouches est fabriquée convenablement par un procédé selon l'invention qui consiste :

(a) à former une première couche constituée de silice fondue à laquelle des additifs ont été ajoutés afin qu'elle acquière une certaine perméabilité et un retrait minimal, la silice étant cuite à une température 30 particulière ;

(b) à former sur une première surface de la première couche une couche constituée de nitrure de silicium perméable, déposée sensiblement à la même température que celle utilisée pour former la première couche ;

35 (c) à former sur la deuxième couche une troisième couche constituée de silice fondue perméable, cuite sensiblement à la même température ;

(d) à former sur la troisième couche une quatrième couche constituée de nitrure de silicium dense, déposée sensiblement à la même température ; et

(e) à former sur la surface opposée de la première couche une cinquième couche constituée de nitrure de silicium dense, déposée sensiblement à la même température. La réalisation d'autres couches alternées de nitrure de silicium et de silice s'effectue de la même manière que dans le procédé décrit ci-dessus, sauf que les couches intérieures supplémentaires de nitrure de silicium sont perméables, comme indiqué ci-après.

Les couches de silice fondues peuvent être formées par tout procédé permettant d'obtenir (1) une perméabilité contrôlée, avec un poids spécifique théorique compris entre environ 1,1 et 1,4 g/cm³ ; (2) un retrait minimisé pendant le traitement ; et (3) une faible constante diélectrique, comprise entre environ 2,0 et 2,25. L'expression "retrait minimisé" signifie que le retrait de la silice fondues n'est pratiquement pas supérieur à celui de la silice fondues pure coulée en barbotine.

Un procédé particulièrement efficace pour la production de couches de silice fondues consiste à former des couches de silice fondues coulée en barbotine. La dimension moyenne des particules de la silice fondues coulée en barbotine est avantageusement d'environ 6,0 µm. La dimension la plus grande des particules est d'environ 40 µm et moins de 10 % en poids des particules ont une dimension inférieure à 0,4 µm. La perméabilité et la porosité sont commodément contrôlées par l'utilisation de microbilles, par exemple des microbilles phénoliques. D'autres matières constituées de particules de dimension déterminée, s'éliminant totalement par combustion sans laisser de résidu, par exemple du carbone et des coquilles de noix broyées, peuvent également être utilisées pour contrôler la perméabilité et la porosité. Le contrôle de la perméabilité permet d'obtenir la faible constante diélectrique souhaitée. Le retrait en cours de traitement est commodément minimisé par des additions de "débris" qui constituent une forme impure de silice ayant une

distribution granulométrique différente de celle de la barbotine.

Dans le procédé préféré, un mélange de particules grosses et fines de débris de silice et de microbilles phénoliques est utilisé. La dimension des particules fines de débris de silice est généralement comprise entre environ 25,4 5 et 500 μm , alors que la dimension des grosses particules de débris de silice est comprise entre environ 124 et 500 μm . La dimension des microbilles phénoliques est généralement comprise entre environ 10 et 100 μm . 10

Pour avoir un faible poids spécifique d'environ 1,1 à 1,4 g/cm^3 , le mélange comprend de préférence au moins 9 % en poids de particules grosses et fines de débris et moins d'environ 6 % en poids de microbilles phénoliques. 15 Cependant, pour avoir un retrait à la cuisson inférieur à celui de la silice pure (c'est-à-dire un retrait inférieur à environ 4,8 %), le mélange comprend de préférence au moins environ 35 % en poids de particules grosses et fines de débris, le rapport des particules grosses aux particules 20 fines ajoutées étant compris d'environ 2 à 9, et moins d'environ 3 % en poids de microbilles phénoliques. Des additions de débris supérieures à environ 35 % et de microbilles phénoliques inférieures à environ 3 % peuvent être compatibles avec les considérations précédentes 25 concernant le poids spécifique, le retrait et la constante diélectrique.

La première couche (couche 13) de silice fondu 30 est commodément formée par coulage de la barbotine à silice fondu, contenant les débris et les microbilles phénoliques, dans un moule en plâtre de Paris dont le contour intérieur définit la forme du radome. L'eau de la barbotine est absorbée par capillarité par le plâtre du moule, de manière qu'il se dépose une matière solide le long des parois du moule. Lorsqu'une épaisseur suffisante de matière solide est 35 obtenue, l'excédent de barbotine, qui a été maintenu à un niveau constant dans le moule, est enlevé. On laisse sécher dans le moule la forme moulée. Au fur et à mesure du séchage, la pièce moulée se rétracte et s'éloigne du moule et elle

devient suffisamment résistante pour pouvoir être manipulée. La forme moulée est retirée du moule, cuite à une basse température qui est suffisante pour éliminer les substances volatiles et les microbilles, puis cuite à une température 5 élevée et suffisante pour fritter la barbotine coulée.

La température inférieure n'est pas critique et peut s'étendre d'environ 600 à 900°C. Une durée de montée en température d'environ 36 à 48 heures convient généralement. De plus longues durées de cuisson à des températures relativement 10 inférieures peuvent également être utilisées.

La température supérieure s'étend d'environ 1175 à 1225°C. Des températures inférieures à cette plage ne permettent pas d'obtenir un frittage convenable, alors que des températures supérieures entraînent la formation 15 indésirable d'une forme cristalline à forte expansion du bioxyde de silicium, à savoir l' α -cristobalite. Le temps de cuisson est celui qui convient pour produire un frittage, généralement une à deux heures environ.

D'autres couches de silice fondu coulée en 20 barbotine sont formées sensiblement à l'aide des mêmes conditions de traitement que celles indiquées ci-dessus. Etant donné que les couches suivantes de silice fondu sont formées sur des couches d'une matière différente de manière 25 que l'on obtienne la structure stratifiée alternée selon l'invention, il est avantageux que ces couches de matières différentes soient perméables, ce qui évite d'avoir à utiliser des moules en plâtre de Paris pour la formation des couches successives.

Les couches de nitrule de silicium peuvent être 30 formées par tout procédé tel que la silice fondu soit à une température élevée lorsque le dépôt est réalisé, afin d'appliquer une précontrainte au radome. La température utilisée pour le dépôt in situ est de préférence sensiblement égale à celle utilisée pour le frittage de la silice fondu. 35 Des températures inférieures ne permettent pas d'obtenir une précontrainte, alors que des températures plus élevées provoquent un retrait supplémentaire indésirable de la silice et le risque de formation d' α -cristobalite.

Le nitrure de silicium est commodément appliqué par déposition de vapeur chimique en utilisant des paramètres de traitement bien connu. Une réaction générale de déposition de vapeur chimique est :

5



La température du procédé est réglée de manière que la silice fondu soit soumise à une température sensiblement égale à celle utilisée lors du processus de frittage.

Les couches intérieures de nitrure de silicium sont avantageusement assez perméables pour permettre le passage de l'eau sous pression, comme indiqué précédemment. Les couches extérieures de nitrure de silicium sont avantageusement denses (leur poids spécifique approchant $3,2 \text{ g/cm}^3$), afin d'assurer la protection contre l'érosion par la pluie et contre l'absorption d'humidité. La perméabilité relative du nitrure de silicium est réglée par modification des proportions de gaz porteur.

Le nitrure de silicium tel que déposé par le processus décrit ci-dessus présente une constante diélectrique d'environ 6,0. Du fait de la nature du processus, la matière déposée est pratiquement du nitrure de silicium, mais elle peut contenir de l'oxynitrure de silicium et peut être même de la silice.

La combinaison des étapes de procédé décrites ci-dessus a pour résultat la réalisation d'un radome précontraint. Dans un radome se déplaçant à vitesse élevée, la paroi extérieure est plus chaude que la paroi intérieure. Par conséquent, la partie extérieure est soumise à une compression alors que la partie intérieure est soumise à une traction. Cet effet provoque souvent un endommagement de la structure dans les radomes céramiques de l'art antérieur, cette détérioration partant de la surface intérieure du radome, car la résistance à la traction d'une céramique est faible par rapport à sa résistance à la compression. Cependant, en réalisant une précontrainte conformément à l'invention, on confère à la partie intérieure de la paroi du

radome une plus grande résistance aux charges de traction et, par conséquent, des charges plus élevées doivent être appliquées pour faire apparaître des détériorations.

Le coefficient de dilatation thermique plus élevé du nitrure de silicium place sous compression la silice fondu, dont le coefficient de dilatation est inférieur, pendant la phase de refroidissement du cycle de fabrication, ce qui permet d'obtenir l'état précontraint souhaité. Par conséquent, l'application du nitrure de silicium sur le substrat de silice fondu, sensiblement à la même température que celle utilisée pour le frittage de la silice, par exemple 1200°C, place la première matière (Si_3N_4) sous traction et la seconde matière (SiO_2) sous compression à toute température inférieure à 1200°C. Dans une structure à cinq couches comprenant deux couches de silice de 4,06 mm d'épaisseur chacune, et trois couches de nitrure de silicium de 0,33 mm d'épaisseur chacune, la précontrainte de compression établie dans les couches de silice est de $34\ 130 \times 10^3$ Pa à la température ambiante. La précontrainte de traction établie dans les couches de nitrure de silicium est de $20\ 540 \times 10^3$ Pa à la température ambiante.

Dans le cas de la plus mauvaise trajectoire portant le radome à une température de 893°C, la précontrainte de compression de la silice fondu et la précontrainte de traction des couches de nitrure de silicium sont respectivement de 8115×10^3 Pa et 40 600 Pa.

Le radome céramique à bande large selon l'invention comprend donc au moins cinq couches alternées de nitrure de silicium et de silice fondu, y compris une couche de nitrure de silicium à chacune des surfaces extérieure et intérieure et au moins une couche supplémentaire de nitrure de silicium à l'intérieur de la paroi.

Les couches alternées de nitrure de silicium et de silice, réalisées conformément à l'invention, permettent de réaliser un radome précontraint à bande large, qui (1) est capable de fonctionner à des vitesses atteignant Mach 4,5 ; (2) possède un rendement de transmission supérieur à 90 % aux fréquences radar concernées ; (3) possède une résistance

élevée aux détériorations dues aux contraintes thermiques différentielles et aux efforts résultant des gouttes de pluie et des chocs de particules ; et (4) présente une propagation réduite du fissurage et des fissures.

5

EXEMPLES

EXEMPLES 1 A 33

Retrait de la silice fondue, coulée en barbotine, avec des additions de débris et de microbilles

10 On mélange de la silice fondue coulée en barbotine, des particules grosses et fines de débris de silice et des microbilles phénoliques, et on fait cuire le mélange à 1285°C pendant une à deux heures. Les proportions (pourcentages en poids) des constituants, le retrait lors de 15 la cuisson, la densité apparente et la porosité apparente sont indiqués dans le tableau I ci-après.

Des corps contenant moins d'environ 6 % en poids de microbilles présentent de manière constante de faibles valeurs de retrait et de densité apparente. Les exemples 31, 20 32 et 33, dans lesquels la proportion en poids des microbilles est inférieure à environ 3 %, montre des retraits inférieurs à ceux de la silice fondue coulée en barbotine.

TABLEAU I

COMPOSITION ET PROPRIETES PHYSIQUES DES CORPS DE SILICE
CONTENANT DES MELANGES DE MICROBILLES PHENOLIQUES ET DE FINES ET GROSSES
PARTICULES DE DEBRIS

EX.	Silice déri- vée de la bar- botine (%)	Particules de débris ajoutées		Micro- billes (%)	Retrait à la cuisson (%)	Densité appa- rente ³ (g/cm ³)	Porosité apparente (%)
		Grosses	Fines				
1	100,0	---	---	---	4,8	1,98	6,1
2	84,6	9,3	---	6,1	4,8	1,10	51,6
3	75,3	16,6	---	6,1	5,7	1,14	50,1
4	66,0	28,0	---	6,0	4,8	1,09	51,7
5	84,6	---	9,3	6,1	6,6	1,19	47,9
6	75,3	---	18,6	6,1	5,8	1,11	51,5
7	66,0	---	28,0	6,0	5,1	1,08	52,2
8	84,6	7,4	1,9	6,1	10,2	1,24	44,8
9	84,6	1,9	7,4	6,1	10,9	1,13	44,9
10	75,3	14,9	3,7	6,1	8,5	1,13	51,2
11	75,3	3,7	14,9	6,1	8,6	1,08	50,9
12	66,0	22,4	5,6	6,0	5,3	1,06	52,6
13	66,0	5,6	22,4	6,0	5,8	1,00	55,9
14	90,1	---	---	9,9	4,4	1,81	16,7
15	82,0	---	---	18,0	4,1	1,78	18,4
16	75,0	---	---	25,0	3,4	1,78	18,1
17	84,6	9,3	---	3,1	7,2	1,62	22,1
18	73,0	24,3	---	2,6	6,3	1,68	20,3
19	71,2	23,7	---	5,1	6,8	1,54	29,4
20	90,1	---	9,9	4,4	1,80	18,3	

TABLEAU I (suite)

Ex.	Particules de débris ajoutées			Micro-billes (%)	Retrait à la cuisson (%)	Densité appa- rente (g/cm ³)	Porosité apparente (%)
	Silice déri- vée de la bar- botine (%)	Grosses	Fines				
21	82,0	—	18,0	—	3,4	1,76	18,7
22	87,3	—	9,6	3,1	8,0	1,64	21,0
23	79,6	—	17,5	2,9	7,4	1,66	20,7
24	73,0	12,4	11,2	3,3	4,9	1,39	37,8
25	73,0	3,1	20,5	3,3	5,5	1,38	38,3
26	79,5	13,5	3,4	3,6	6,2	1,38	33,3
27	97,0	—	—	3,0	5,0	1,58	24,0
28	94,2	—	—	5,8	6,9	1,40	35,8
29	79,6	4,3	12,5	3,6	5,9	1,38	39,0
30	73,4	2,8	20,5	3,3	4,9	1,39	38,4
31	62,3	31,4	3,4	2,8	3,0	1,40	38,0
32	62,1	23,2	11,9	2,8	2,9	1,37	39,1
33	62,3	13,6	21,3	2,8	4,0	1,39	38,1

EXEMPLE 34Fabrication d'un hémisphère de 12,5 cm.

On fabrique un radome céramique hémisphérique de 12,5 cm, comme montré sur la figure. La couche 13 est formée par mélange de 2000 ml de barbotine de silice fondue ayant une dimension moyenne de particules de 6,0 μm et une densité de 1,86, avec 1120 g de grosses particules de débris dont 94 % en poids traversent un tamis à mailles de 0,50 mm et sont refusées par un tamis à mailles de 0,130 mm, avec 0,1 % en poids traversant un tamis à mailles de 0,044 mm et étant refusées par un tamis à mailles de 0,037 mm, 573 g de fines particules de débris dont 50 % en poids traversent un tamis à mailles de 0,50 mm et sont refusées par un tamis à mailles de 0,130 mm, avec 2 % en poids traversant un tamis à mailles de 0,037 mm (la barbotine et les débris pouvant être obtenus auprès de la firme Thermo-Materials Corp. Atlanta, GA, Etats-Unis d'Amérique), 136 g de microbilles phénoliques de 10 à 100 μm (disponibles auprès de la firme Union Carbide Corp., New York, NY, Etats-Unis d'Amérique), 88 ml d'alcool isopropylique, 665 ml d'eau désionisée et 130 ml de HCl concentré. Le coulage est effectué dans un moule en plâtre de Paris avec un rapport du plâtre à l'eau de 1,25. Un agent de démolage à base de graphite ou de lanoline est pulvérisé sur la surface concave du moule. Lorsque l'épaisseur appropriée de silice est atteinte, la pièce moulée est retirée du moule et séchée pendant 24 heures à la température ambiante, chauffée à une vitesse de 25°C/h jusqu'à 400°C, maintenue à cette température pendant 16 heures, chauffée à une vitesse de 100°C/h jusqu'à 800°C, cuite de 800°C à 1200°C à une vitesse de 120°C/h, maintenue pendant 2 heures à cette température et refroidie de façon naturelle.

La couche 14 de nitrure de silicium est déposée à 1200°C sur la face convexe de la couche de silice fondue par l'utilisation d'un courant d'hydrogène d'un débit de 41,7 cm^3/s (2,5 litres/min), d'un courant d'ammoniac d'un débit de 6,0 cm^3/s (0,36 litre/min), d'un courant de tétrachlorure de silicium (entraîné par de l'azote) d'un débit de 7,5 cm^3/s (0,45 litre/min) et d'un courant d'azote

d'un débit de 33,3 cm³/s (2 litres/min) sous une pression de 4400 Pa.

5 L'application de la couche 15 de silice s'effectue par moulage sous vide. L'eau contenue dans la barbotine traverse la couche 14 de nitrure de silicium et pénètre dans les pores de la couche 13 de silice de manière que la silice soit déposée sur la surface de nitrure de silicium. Le programme de traitement est le même que pour la couche 13, sauf que la vitesse à laquelle les 10 microbilles phénoliques sont chauffées pour être brûlées et éliminées est élevée à 50°C par heure.

15 L'application des couches 16 et 17 de nitrure de silicium s'effectue de la même manière que pour la couche 14 de nitrure de silicium. La densité plus élevée (par rapport à celle de la couche 14) des couches 16 et 17 est obtenue par réduction du débit d'écoulement d'azote.

EXEMPLE 35

Evaluation des hémisphères de 12,5 cm.

20 Des mesures de transmission sont effectuées sur un radome fabriqué comme dans l'exemple 34 et ayant les paramètres indiqués dans le tableau II ci-dessous :

TABLEAU II

25 **EPAISSEUR, CONSTANTE DIELECTRIQUE ET TANGENTE
DE L'ANGLE DE PERTES DE DIVERSES
COUCHES**

	Matière de la couche	Epaisseur (mm)	ϵ	tangente δ
	Nitrure de silicium	0,33	6,0	0,009
	Silice	3,81 à 4,06	2,1	0,0001
	Nitrure de silicium	0,28	6,0	0,009
35	Silice	3,81 à 4,06	2,1	0,0001
	Nitrure de silicium	0,33	6,0	0,009

Le matériel d'essai comprend un cornet de réception, une antenne émettrice extérieure à guide d'ondes et une source haute fréquence. Toutes les mesures de

transmission sont effectuées à des fréquences comprises entre 6,0 et 17,7 GHz.

L'ouverture du guide d'ondes extérieur est d'environ 58° et, par conséquent, un angle d'incidence particulier ne peut être déterminé. De plus, étant donné que les antennes émettrice et réceptrice sont dirigées vers le centre du radome, la mesure est limitée à un point. En conséquence, la polarisation perpendiculaire ou parallèle ne peut être définie. La mesure ponctuelle est étendue sur plusieurs angles d'incidence. Par conséquent, la valeur de transmission mesurée est une moyenne entre les polarisations parallèle et perpendiculaire sur la zone couverte par l'ouverture.

Des mesures sont effectuées en divers points autour de l'axe de symétrie du radome. Les transmissions varient de $\pm 1,0$ dB à $\pm 1,5$ dB. Il convient de noter que les résultats de transmissions sont approximatifs, bien qu'un échantillon arrondi ait été estimé. Le rendement de transmission mesuré est comparé au rendement de transmission théorique du radome, dans le tableau III ci-dessous.

Le retard de phase d'insertion est la phase ajoutée à l'insertion d'une forme diélectrique entre une antenne radar émettrice et une antenne radar réceptrice. La portée optique et la pente de l'erreur de la portée optique sont les résultats du retard de la phase d'insertion. Les plages acceptables de retard de phase d'insertion dépendent de la mission et des fréquences radar utilisées dans tout système de missile. La différence entre les polarisations perpendiculaire et parallèle s'avère être faible, même à un angle d'incidence de 50°.

TABLEAU IIIRENDEMENTS DE TRANSMISSION THÉORIQUE ET MESURÉ
D'UN RADOME MULTICOUCHES

5

	Fréquence (GHz)	Rendement de transmission mesuré (%)	Rendement de trans- mission théorique (%) *	
			Angle d'incidence 0°	60°
10	6,0	71,4	80,0	40,0
	6,5	50,0	-	-
	7,0	50,0	82,0	42,0
	7,5	50,0	-	-
15	8,0	71,4	90,0	48,0
	8,5	79,4	-	-
	9,0	71,4	96,0	62,0
	9,5	71,4	-	-
	10,0	71,4	98,0	76,0
20	10,5	71,4	-	-
	11,0	63,0	96,0	88,0
	11,5	100,0	-	-
	12,0	100,0	90,0	97,0
25	13,0	100,0	84,0	84,0
	14,0	100,0	82,0	65,0
	15,0	100,0	82,0	50,0
	16,0	50,0	84,0	45,0
30	17,7	100,0	95,0	42,0
	*	Le rendement de transmission est calculé approxima- tivement conformément à la relation :		

30 * Le rendement de transmission est calculé approxima-
tivement conformément à la relation :

$$|T|^2 = 1 - ((\epsilon^{1/2} - \epsilon^{1/2}) / \epsilon^{1/2} + \epsilon^{1/2}) x$$

35 $(1 - \cos(4 \epsilon^{1/2} \tau^{1/2} / \lambda))^2$

où $|T|^2$ est le coefficient de transmission, ϵ est la constante diélectrique, τ est l'épaisseur du radome et λ est la longueur d'onde. L'équation ne tient pas compte des réflexions multiples.

Il va de soi que de nombreuses modifications peuvent être apportées au radome décrit et représenté sans sortir du cadre de l'invention.

REVENDICATIONS

1. Radome céramique à bande large conçu pour transmettre efficacement de l'énergie à haute fréquence et pouvant supporter des contraintes dues à des différences de température, caractérisé en ce qu'il comporte une pièce rigide profilée comprenant une paroi qui présente une surface extérieure sensiblement convexe et une surface intérieure sensiblement concave, ladite paroi comprenant des couches alternées (13, 14, 15, 16, 17) de nitrure de silicium et de silice fondu, y compris une couche (16 ou 17) de nitrure de silicium située sur chacune des surfaces extérieure et intérieure et au moins une couche supplémentaire (14) de nitrure de silicium située à l'intérieur de la paroi et formée à l'état précontraint.
- 15 2. Radome selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'épaisseur de chaque couche (13, 15) de silice fondu est comprise entre environ 3,048 et 4,064 mm, et celle de chaque couche (14, 16, 17) de nitrure de silicium entre environ 0,254 et 0,381 mm.
- 20 3. Procédé de fabrication d'un radome céramique à bande large, caractérisé en ce qu'il consiste :
 - (a) à former une première couche (13) constituée de silice fondu à laquelle des additifs ont été ajoutés afin qu'elle présente une certaine perméabilité et un retrait minimal, la silice fondu étant cuite à une température particulière ;
 - (b) à former, sur une première surface de ladite première couche, une deuxième couche (14) constituée de nitrure de silicium perméable, déposée sensiblement à la même température que celle utilisée pour former la première couche ;
 - (c) à former sur ladite deuxième couche une troisième couche (15) constituée de silice fondu perméable, cuite sensiblement à ladite température ;
 - 35 (d) à former sur la troisième couche une quatrième couche (16) constituée de nitrure de silicium dense, déposée sensiblement à ladite température ; et

(e) à former sur la surface apparente de ladite première couche une cinquième couche (17) constituée de nitrure de silicium dense, déposée sensiblement à ladite température.

5 4. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que ladite température particulière est comprise entre 1175 et 1225°C.

10 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que ladite température particulière est d'environ 1200°C.

15 6. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que la silice est préparée par un processus qui consiste (a) à mélanger de la silice fondue coulée en barbotine, des débris de silice et des microbilles afin de former un mélange, (b) à faire cuire ledit mélange à une première température suffisante pour éliminer les substances volatiles et les microbilles, et (c) à faire cuire ledit mélange à ladite température particulière.

20 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que ledit mélange comprend au moins environ 9 % en poids de particules grosses et fines de débris de silice, les particules grosses de débris ayant une dimension comprise entre environ 124 et 500 μm et les particules fines de débris ayant une dimension comprise entre environ 25,4 et 500 μm , et 25 moins d'environ 6 % en poids des microbilles phénoliques dont la dimension des particules est comprise entre environ 10 et 100 μm .

30 8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que ledit mélange comprend au moins environ 35 % en poids de particules grosses et fines de débris de silice, le rapport des particules grosses aux particules fines étant compris entre environ 2 et 9, et moins d'environ 3 % en poids de microbilles phénoliques.

35 9. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'épaisseur de chaque couche de silice fondue est comprise entre environ 3,048 et 4,064 mm et celle de chaque couche de nitrure de silicium entre environ 0,254 et 0,381 mm.

10. Produit obtenu par le procédé selon la revendication 3.

