

N°d'ordre :27/2008-M / PH

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche scientifique
UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
HOUARI BOUMEDIENE
«U.S.T.H.B»

Faculté de Physique



MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de **MAGISTER**

EN : **PHYSIQUE**

Spécialité : Physique des Matériaux

Par : M^{elle} **DERBIL Samia**

Sujet :

**COMPORTEMENT DIÉLECTRIQUE DE
MATÉRIAUX SAINS ET ALTÉRÉS**

Soutenu 24 /06/2008, devant le Jury composé de :

Mr. M.KECHOUANE.	Professeur, USTHB.	Président.
Mr. A.SOUALMIA.	Professeur, USTHB.	Directeur de Thèse.
Mr. S.SEBIH.	Professeur, USTHB.	Examineur.
Mr. N.BENREKAA.	Maître de conférence, USTHB.	Examineur.

بسم الله الرحمن الرحيم

Dédicaces

A ma mère, mon père,

A mes frères et sœurs,

A mes belles soeurs

A mes nièces

A toute ma famille

A tous ceux qui me sont chers.

SAMIA

REMERCIEMENTS

*Le présent travail a été mené dans le cadre de la présentation d'un Magister au Laboratoire de "**Spectroscopie Diélectrique**" de la faculté de physique à l'S.T.H.B.*

Avant tout, je remercie ALLAH le Tout Puissant de m'avoir donné la foi, la santé, le courage et la patience de réaliser ce modeste travail.

Je remercie chaleureusement Monsieur A.SOUALMIA. Professeur à l'U.S.T.H.B, pour avoir proposé ce sujet et de m'avoir guidée durant sa réalisation.

Mes remerciements vont plus particulièrement à :

Monsieur M.KECHOUANE, professeur à l'U.S.T.H.B pour avoir bien voulu me faire l'honneur d'accepter la présidence du jury de cette thèse.

Mes remerciements vont également aux Messieurs, N.BENREKAA Maître de Conférence à l'USTHB, S.SEBIH, professeur à l'U.S.T.H.B, qui ont bien voulu juger ce travail.

Je tiens spécialement à remercier monsieur C.A.GUERBI, Maître assistant à l'U.S.T.H.B, pour son aide, et monsieur R.SAOUD pour les échantillons qu'il m'a procuré , je remercie monsieur BELKADI, chercheur au CRD (Boumerdes) pour l'analyse des échantillons étudiés .

Qu'il me soit permis de remercier tous ceux qui m'ont aidée de près ou de loin dans l'élaboration de ce modeste travail, plus particulièrement, Messieurs F.LAMARI, D. SEMMAM et ma sœur FAHIMA, je n'oublierai pas de citer, notamment, mes collègues de l'équipe Spectroscopie Diélectrique, C.A.GUERBI, R.SAOUD, ABLA, SAMIA, KARIMA, OUIZA, et à tous mes amies de la faculté de physique : Faiza, Wahiba, Zahra, Chahra, Sihem., Sonia,etc.

SOMMAIRE

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 : PROPRIÉTÉS DIÉLECTRIQUES DE LA MATIÈRE	4
I.1-INTRODUCTION :	4
I.2-NOTION DE POLARISATION :	4
I.3-DIFFÉRENTS TYPES DE POLARISATION :	5
I.3.1-Polarisation électrique $\vec{P}_e$:	5
I.3.2-Polarisation atomique (ionique) $\vec{P}_a$:	6
I.3.3-Polarisation dipolaire ou d'orientation $\vec{P}_\mu$:	6
I.4-RELATION ENTRE GRANDEURS MACROSCOPIQUES ET PARAMÈTRES MOLÉCULAIRES :	8
I.5-PERMITTIVITÉ RELATIVE COMPLEXE D'UN DIÉLECTRIQUE :	9
I.6-RELAXATION DIÉLECTRIQUE :	11
I.6.1-Cas d'un seul temps relaxation (model de debye) :	11
I.6.2-Cas d'une distribution des temps de relaxation :	16
CHAPITRE II : PROPAGATION DANS LES LIGNES DE TRANSMISSION ..	21
II.1- INTRODUCTION :	21
II.2- MODÉLISATION D'UNE LIGNE ET ÉQUATION DE PROPAGATION :	22

II.3- PROPAGATION EN RÉGIME SINUSOÏDAL :	24
II.4- IMPÉDANCE ET COEFFICIENT DE RÉFLEXION :	27
II.4.a- Coefficient de réflexion en un point :	27
II.4.b- Impédance en un point :	27
❖ Cas d'une ligne court-circuitée :	28
❖ Cas d'une ligne ouverte :	29
❖ Cas d'une ligne adaptée :	29
II.5 - APPLICATION A UNE LIGNE A AIR COAXIALE SANS PERTES RENFERMANT UN DIÉLECTRIQUE :	29
➤ Ligne court-circuitée :	32
➤ Ligne ouverte :	32
➤ Ligne adaptée :	32

CHAPITRE III : TECHNIQUES UTILISÉES POUR LA DÉTERMINATION DE LA PERMITTIVITÉ DIÉLECTRIQUE.....34

III.1-INTROUDUCTION :	34
III.2-MÉTHODES DE RÉSONANCE :	35
III.2.1-Méthode du Q-mètre :	35
III.2.2-Méthode Cavité résonante :	35
III.3- MÉTHODES DES LIGNES (méthodes de non résonance):	36
III.3.1 - Méthodes fréquentielles :	36
▪ Méthode de la ligne fendue :	36
▪ Analyseurs de réseaux :	37
III.3.2 - Méthodes temporelles :	39

CHAPITRE IV : DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL42

IV.1- INTRODUCTION :	42
IV.2- L'ANALYSEUR D'IMPÉDANCE HP4191A :	42
IV.2.1 - Principe de mesure :	42

IV.2.2 - Formules de conversion :	44
IV.2.3 - Calibration de l'Analyseur :	45
❖ Directivité :	45
❖ Désadaptation des accès d mesure :	45
❖ Variation en fréquence intrinsèque :	46
➤ Calibration avec circuit ouvert ($Z=\infty \Omega$) :	48
➤ Calibration avec le court circuit ($Z=0\Omega$) :	48
➤ Calibration avec charge adaptée ($Z=50\Omega$) :	48
IV.3- LA CELLULE DE MESURE :	49
IV.4- MONTAGE EXPÉRIMENTAL & MODE OPÉRATOIRE :	51
IV.5- MÉTHODE DE CALCUL DE LA CONDUCTIVITÉ :	55
 CHAPITRE V : RÉSULTATS ET ESSAIS D'INTERPRÉTATION	 56
V.1- INTRODUCTION :	56
V.2-CALIBRATION DE L'ANALYSEUR D'IMPEDANCE :	56
V.3-MESURES SUR LES ÉCHANTILLONS ÉTALONS :	57
V.3.1-MESURE A VIDE :	57
V.3.2-ESSAI SUR UN ÉCHANTILLON A FAIBLE PERMITTIVITÉ :	59
V.3.3-ESSAI SUR UN ÉCHANTILLON A MOYENNE PERMITTIVITÉ :	60
V.3.4-ESSAI SUR UN ÉCHANTILLON A FORTE PERMITTIVITÉ :	62
V.4-DESCRIPTION GÉNÉRALE DES ÉCHANTILLONS :	64
V.5- RÉSULTATS ET ESSAIS D'INTERPRÉTATION :	67
V.5.1- RÉSULTATS OBTENUS SUR LES MATÉRIAUX SAINS (PURS):	67
a-coefficient de réflexion :	67
b- permittivité relative complexe :	69
V.5.2-RÉSULTATS OBTENUS SUR LE MATÉRIAUX ALTÉRÉ PAR	
DURCISSEMENT :	73
a-coefficient de réflexion :	73
b- permittivité relative complexe.	75
CONCLUSION	77
BIBLIORAPHIE	79

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Les matériaux diélectriques sont utilisés dans divers domaines (l'électronique, les télécommunications, la biologie etc....). Pour leurs diverses applications, on s'intéresse principalement à leurs caractérisations et ou plus précisément à l'étude des phénomènes de relaxation dont ils sont le siège et qui constituent l'une des préoccupations de la physique des matériaux.

La caractérisation d'un diélectrique se ramène à la détermination de sa permittivité complexe ($\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$) en fonction de la fréquence ; la partie réelle est liée à la quantité d'énergie électrique emmagasinée dans le matériau, tandis que la partie imaginaire est associée aux pertes d'énergie électrique dans le milieu.

Diverses méthodes expérimentales ont été mises au point dans ce but; on distingue en particulier deux méthodes :

- Les méthodes fréquentielles.
- Les méthodes temporelles.

Les méthodes fréquentielles, sont basées sur la mesure d'une quantité complexe qui peut être considérée comme la réponse globale de l'échantillon à une onde électromagnétique sinusoïdale de fréquence donnée, elle peut être aussi une analyse sur une large bande.

Dans les méthodes temporelles, la détermination de la permittivité s'obtient par l'analyse de la quantité réelle qui représente la réponse temporelle ; cela consiste à faire propager dans une ligne coaxiale un échelon de tension à temps de montée très bref, et d'en étudier les réflexions qui peuvent avoir lieu sur le matériau placé dans cette ligne. La réponse ainsi obtenue est temporelle et le passage au domaine fréquentiel se fait par la suite à l'aide de la transformée de Fourier [13, 21].

Dans ce cadre, plusieurs travaux ont été menés au sein de notre équipe. Les premières investigations ont été effectuées à l'aide de deux appareils limités en fréquence à 30MHz : le pont à transformateur "Général Radio" dans le domaine des basses fréquences. Et le Q-mètre dans le domaine des moyennes fréquences. La gamme de fréquence a été élargie par la suite jusqu'à 1GHz, par l'utilisation d'un analyseur d'impédance de type HP4191A qui fonctionne sur une bande de fréquence allant de 10MHz à 1GHz [33].

L'une des applications que nous avons trouvée intéressante, concerne l'étude des matériaux sains et altérés. Nous avons choisi comme matériaux d'étude, les polysiloxanes (silicones par condensation) ; ces derniers sont utilisés dans le domaine biomédical, pour la lubrification des seringues, le remplissage de prothèses, etc.

Notre travail consiste à étudier le comportement diélectrique des polysiloxanes par une méthode fréquentielle qui permet de calculer la permittivité et la conductivité statique en utilisant les équations de propagation d'ondes.

Afin de mettre en œuvre cette étude, nous avons proposé un plan de cinq chapitres :

Le premier chapitre, est consacré à l'interaction onde –matière; nous rappelons quelques notions de base sur la polarisation de la matière et le phénomène de relaxation.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons les aspects théoriques de la propagation guidée des ondes électromagnétiques, ainsi que la technique de mesure que nous avons utilisée (analyseur d'impédance) pour la caractérisation de nos échantillons.

Le troisième chapitre, est consacré à l'analyse des différentes techniques de mesure utilisées pour la caractérisation diélectrique des matériaux.

Dans le quatrième chapitre, nous décrivons le dispositif expérimental que nous avons utilisé et nous présentons la méthode de calcul de la permittivité et de la conductivité statique.

Enfin, dans le cinquième chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux relatifs aux échantillons étudiés et nous terminerons notre travail par une conclusion générale.

CHAPITRE I

PROPRIÉTÉS DIÉLECTRIQUES DE LA MATIÈRE

Chapitre I

Propriétés Diélectriques de la Matière

I.1- INTRODUCTION :

L'étude des propriétés électromagnétiques des matériaux est corrélée à deux grandeurs importantes: la permittivité ε^* , qui traduit la réaction du milieu à une excitation électrique (champ $\vec{E}$ de l'onde électromagnétique) et la perméabilité μ , qui décrit le comportement du matériau vis à vis d'une excitation magnétique (champ $\vec{H}$ de l'onde électromagnétique).

Nous nous intéressons dans ce travail particulièrement à l'étude de la réponse électrique, en investiguant le comportement des matériaux diélectriques soumis à un champ électrique sinusoïdal radiofréquence ou micro-ondes. Cette étude consiste à déterminer la permittivité relative ε^* (par rapport à celle du vide), une quantité complexe définie par

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon'' \quad (\text{I.1})$$

et qui est fonction de la fréquence du champ appliqué. La connaissance de cette grandeur macroscopique permet souvent d'expliquer le comportement d'un matériau à l'échelle microscopique à travers des modèles établis. A la base de ce comportement diélectrique intervient le phénomène de *polarisation*.

I.2- NOTION DE POLARISATION :

Un diélectrique se polarise lorsqu'il renferme des dipôles électriques dont la somme des moments est non nulle. La polarisation en tant que grandeur est définie par un vecteur

s'identifiant au moment dipolaire électrique total par unité de volume, induit par l'application d'un champ électrique [11].

$$\vec{P} = N\vec{\mu} \quad (I.2)$$

N : nombre d'atomes ou de molécules par unité de volume.

$\vec{\mu}$: moment dipolaire moyen induit dans chaque atome ou molécule.

D'autre part, la polarisation peut s'exprimer en termes de grandeurs macroscopiques. A ce propos, l'expérience montre que dans un diélectrique linéaire, homogène et isotrope, la polarisation s'établit dans le même sens que le champ macroscopique [18] :

$$\vec{P} = \varepsilon_0(\varepsilon - 1)\vec{E} \quad (I.3)$$

ε_0 : permittivité du vide de valeur $\varepsilon_0 = (36\pi 10^9)^{-1} = 8,854.10^{-12} F/m$.

ε : permittivité relative du matériau considéré.

I.3- DIFFÉRENTS TYPES DE POLARISATION :

I.3.1- Polarisation électronique $\vec{P}_e$:

En l'absence de champ électrique, le moment dipolaire d'un atome est nul car le centre de gravité du nuage électronique coïncide avec celui du noyau. En présence d'un champ, les centres de gravité se séparent en raison de la distorsion du nuage d'électrons (figI.1); il apparaît ainsi dipôle induit de moment $\vec{\mu}_e$ tel que :

$$\vec{\mu}_e = \alpha_e \vec{E}_l \quad (I.4)$$

Où α_e est la polarisabilité électronique, $\vec{E}_l$ est le champ local agissant au niveau de l'atome.

La polarisation électronique est :

$$\vec{P}_e = N\vec{\mu}_e = N\alpha_e \vec{E}_l \quad (I.5)$$

N étant le nombre de dipôles induits par unité de volume.

I.3.2- Polarisation atomique (ionique) $\vec{P}_a$:

Ce type de polarisation intervient dans les cristaux ioniques. En l'absence de champ, les centres de gravité des ions positifs et des ions négatifs coïncident, le moment dipolaire résultant est par conséquent nul. En présence d'un champ électrique, les centres de gravité précédents se déplacent, entraînant la formation d'un moment dipolaire induit dans la direction du champ électrique (figI.1). Le moment dipolaire d'une molécule ionique s'exprime par :

$$\vec{\mu}_a = \alpha_a \vec{E}_l \quad (I.6)$$

Où $\vec{E}_l$ est le champ local agissant au niveau de la molécule, α_a est la polarisabilité atomique.

La polarisation atomique est alors donnée par :

$$\vec{P}_a = N\vec{\mu}_a = N\alpha_a \vec{E}_l \quad (I.7)$$

Les deux types de polarisations (électronique et atomique) constituent la polarisation induite.

$$\vec{P}_i = \vec{P}_e + \vec{P}_a = N\alpha_i \vec{E}_l \quad (I.8)$$

Les deux mécanismes apparaissent dès l'application du champ électrique et disparaissent aussitôt qu'il est supprimé. Cet effet est pratiquement indépendant de la température [2,18].

I.3.3- Polarisation dipolaire ou d'orientation $\vec{P}_\mu$:

Elle apparaît dans les matériaux dont les constituants (atomes ou molécules) possèdent un moment dipolaire permanent ; ces matériaux sont dits polaires [2,18]. En l'absence de champ, les moments dipolaires des molécules sont orientés aléatoirement et leur résultante est en moyenne nulle. En présence d'un champ, chaque molécule acquiert un moment dipolaire moyen parallèle au champ(figI.1), qui s'exprime par la loi de distribution de Boltzmann [8] :

$$\vec{\mu} = \frac{\mu^2}{3k_B T} \vec{E}_l \quad (I.9)$$

$k_B = 1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K est la constante de Boltzmann, T est la température absolue et μ est le moment dipolaire permanent d'une molécule.

D'où l'expression de la polarisation dipolaire [6,10] :

$$\vec{P}_\mu = N \frac{\mu^2}{3k_B T} \vec{E}_l \quad (I.10)$$

Si le champ appliqué subit des variations rapides, comme pour un champ sinusoïdal à hautes fréquences, les dipôles n'arrivent plus à suivre le changement d'orientation du champ ce qui entraîne la disparition de la polarisation dipolaire ; seule la polarisation induite se manifeste. Dans un champ à basses fréquences, les dipôles ont le temps de s'orienter dans la direction du champ et les deux types de polarisation coexistent.



Polarisation électronique



Polarisation ionique



Polarisation dipolaire

Fig.I.1 : Représentation schématique des différents types de polarisation

I.4- RELATION ENTRE GRANDEURS MACROSCOPIQUES ET PARAMÈTRES MOLÉCULAIRES:

La polarisation totale dans un diélectrique est la somme de la polarisation induite et dipolaire :

$$\vec{P} = \vec{P}_i + \vec{P}_\mu \quad (\text{I.11})$$

Dans un gaz sous faible pression, les molécules n'interagissent pas entre elles. Le champ local se confond alors avec le champ macroscopique et la polarisation induite devient :

$$\vec{P}_i = N\alpha_i \vec{E} \quad (\text{I.12})$$

Soient ε_s et $\vec{P}_s$ respectivement, la permittivité relative statique et la polarisation statique à très basses fréquence, ε_∞ et $\vec{P}_\infty$ les mêmes quantités à fréquences assez élevées pour que la contribution dipolaire soit absente. On peut alors écrire :

- En basses fréquences, avec la présence des deux polarisations :

$$\vec{P}_s = \vec{P}_i + \vec{P}_\mu = \varepsilon_0 (\varepsilon_s - 1) \vec{E} \quad (\text{I.13})$$

- En hautes fréquences, où seule la polarisation induite existe :

$$\vec{P}_\infty = \vec{P}_i = \varepsilon_0 (\varepsilon_\infty - 1) \vec{E} \quad (\text{I.14})$$

A partir des relations (I.13), (I.14) et (I.10), on déduit :

$$\varepsilon_s - \varepsilon_\infty = \frac{N\mu^2}{3\varepsilon_0 k_B T} \quad (\text{I.15})$$

Dans le cas d'une matière condensée, l'interaction entre dipôles ne peut être négligée et le champ macroscopique $\vec{E}$ diffère du champ local $\vec{E}_l$ [2], ce dernier étant égal à la somme des deux champs macroscopique et microscopique :

$$\vec{E}_l = \vec{E} + \vec{E}' \quad (\text{I.16})$$

$\vec{E}$ et $\vec{E}'$ sont les champs macroscopique et microscopique, respectivement.

Pour le calcul du champ microscopique, d'un point de vue diélectrique, LORENTZ a imaginé une cavité sphérique centrée en un point et a considéré que le champ microscopique est dû aux charges de polarisation à la surface de la cavité. Il trouve après calculs [2,8].

$$\vec{E}' = \frac{\vec{P}}{3\epsilon_0} \quad (\text{I.17})$$

En reportant (I.17) dans (I.16), on obtient :

$$\vec{E}_l = \vec{E} + \frac{\vec{P}}{3\epsilon_0} \quad (\text{I.18})$$

En injectant (I.3) dans la relation (I.18), on obtient :

$$\vec{E}_l = \frac{\epsilon + 2}{3} \vec{E} \quad (\text{I.19})$$

A partir des relations (I.10), (I.13), (I.14) et (I.19), la relation (I.15) devient :

$$(\epsilon_S - \epsilon_\infty) = \frac{(\epsilon_S + 2)(\epsilon_\infty + 2)}{9} \frac{N\mu^2}{3\epsilon_0 k_B T} \quad (\text{I.20})$$

Le terme $\frac{1}{9}(\epsilon_S + 2)(\epsilon_\infty + 2)$ est un facteur de correction qui tient compte du champ local. Par la suite, Onsager [6] a proposé un modèle plus général qui tient compte de l'interaction entre les dipôles et l'influence de l'environnement. Sa formule est :

$$(\epsilon_S - \epsilon_\infty) = \frac{\epsilon_S(\epsilon_\infty + 2)^2}{3(\epsilon_\infty + 2\epsilon_S)} \frac{N\mu^2}{3\epsilon_0 k_B T} \quad (\text{I.21})$$

Où $\frac{\epsilon_S(\epsilon_\infty + 2)^2}{3(\epsilon_\infty + 2\epsilon_S)}$ est le nouveau terme de correction.

I.5- PERMITTIVITÉ RELATIVE COMPLEXE D'UN DIÉLECTRIQUE :

Dans le vide, le déplacement électrique est proportionnel au champ macroscopique :

$$\vec{D}_{vide} = \varepsilon_0 \vec{E} \quad (I.22)$$

Dans un diélectrique, il y a une polarisation et le déplacement s'exprime par :

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \quad (I.23)$$

Pour un diélectrique linéaire, homogène et isotrope, la polarisation est proportionnelle au champ macroscopique :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \chi \vec{E} \quad (I.24a)$$

Où χ est la susceptibilité diélectrique, qui est liée à la permittivité relative d'après (I.3) par :

$$\varepsilon = 1 + \chi \quad (I.24b)$$

Il en découle d'après (I.23) que le déplacement électrique est aussi proportionnel au champ :

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \varepsilon \vec{E} \quad (I.25)$$

Si le champ $\vec{E}$ est sinusoïdal, la polarisation s'équilibre avec un retard par rapport au champ, ce qui se traduit par l'apparition d'un déphasage entre $\vec{D}$ et $\vec{E}$ dépendant de la fréquence. Les relations précédentes se réécrivent alors en représentation complexe :

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \varepsilon^* \vec{E} \quad (I.26a)$$

Avec :

$$\varepsilon^* = 1 + \chi^* \quad (I.26b)$$

La grandeur ε^* est la permittivité relative complexe. Elle rend compte du déphasage existant entre $\vec{D}$ et $\vec{E}$, et s'écrit :

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon'' \quad (I.27)$$

La partie réelle ε' , appelée facteur de dispersion, est liée à la quantité d'énergie électrique emmagasinée dans le matériau. La partie imaginaire ε'' , appelée facteur de pertes,

caractérise l'absorption d'énergie dans le matériau. Ces deux facteurs dépendent de la fréquence. Ils déterminent le déphasage δ entre $\vec{D}$ et $\vec{E}$ par :

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (\text{I.28})$$

Le terme δ est appelé *angle de pertes*.

I.6- RELAXATION DIÉLECTRIQUE :

Dans les matériaux formés de molécules polaires, la différence entre la permittivité relative statique ε_s et celle obtenue aux fréquences élevées ε_∞ est due principalement à la contribution de la polarisation d'orientation associée aux entités polaires [21, 41]. Le mouvement d'orientation des dipôles est un phénomène de relaxation. Du fait que l'équilibre n'est pas atteint dès l'application du champ, la polarisation dipolaire ne s'établit pas instantanément. Son évolution au cours du temps est décrite par l'équation différentielle suivante [2,20] :

$$\frac{dP_\mu(t)}{dt} = \frac{1}{\tau} [(P_\mu)_s - P_\mu(t)] \quad (\text{I.29})$$

$(P_\mu)_s$ est la valeur statique de polarisation dipolaire $\vec{P}_\mu$.

τ est le temps de relaxation, qui dépend de la nature des dipôles et de leur environnement.

I.6.1- Cas d'un seul temps de relaxation (modèle de Debye) :

P. Debye a supposé que le matériau est formé d'entités polaires identiques, sans interaction entre elles et avec leur environnement. À l'équilibre, la polarisation totale $\vec{P}_s$ est :

$$\vec{P}_s = \vec{P}_\infty + (\vec{P}_\mu)_s \quad (\text{I.30})$$

$\vec{P}_s$ et $\vec{P}_\infty$ sont des grandeurs définies par les relations (I.13) et (I.14). Il en découle donc :

$$\vec{P}_s - \vec{P}_\infty = (\vec{P}_\mu)_s = \varepsilon_0(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)\vec{E} \quad (I.31)$$

L'équation différentielle (I.29) devient alors :

$$\frac{dP_\mu}{dt} + \frac{P_\mu(t)}{\tau} = \frac{\varepsilon_0(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)}{\tau} \vec{E} \quad (I.32)$$

Sa solution est :

$$P_\mu(t) = (P_\mu)_s (1 - e^{-\frac{t}{\tau}}) \quad (I.33)$$

Si le champ est une fonction sinusoïdale du temps :

$$E^*(t) = E_0 e^{j\omega t} \quad (I.34)$$

Où ω est la fréquence angulaire du champ.

La solution de l'équation différentielle sera donnée par :

$$P_\mu^*(t) = A e^{-\frac{t}{\tau}} + \varepsilon_0 \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + j\omega\tau} E_0 e^{j\omega t} \quad (I.35)$$

Où A est une constante d'intégration.

Généralement, le premier terme disparaît très rapidement compte tenu de la faible valeur de τ , seule la solution harmonique qui représente le régime stationnaire est retenue :

$$P_\mu^*(t) = \varepsilon_0 \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + j\omega\tau} E_0 e^{j\omega t} \quad (I.36)$$

Compte-tenu des relations suivantes :

$$P^* = \varepsilon_0(\varepsilon^* - 1)E^* \quad (I.37)$$

$$P^* = P_\infty + P_\mu^* \quad (I.38)$$

Et de (I.14), il s'en suit que :

$$\varepsilon_0(\varepsilon^* - 1)E^* = \varepsilon_0(\varepsilon_\infty - 1)E^* = P_\mu^* \quad (\text{I.39})$$

Les relations (I.34), (I.36) et (I.39) conduisent finalement à l'expression de la permittivité relative complexe en fonction de la fréquence angulaire du champ, qui est :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + j\omega\tau} \quad (\text{I.40})$$

Et sachant que :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) \quad (\text{I.41})$$

Il en découle :

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + \omega^2\tau^2} \quad (\text{I.42})$$

$$\varepsilon''(\omega) = \omega\tau \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + \omega^2\tau^2} \quad (\text{I.43})$$

ε_s est la Permittivité statique aux très basses fréquences, ε_∞ est la Permittivité aux hautes fréquences et τ est le temps de relaxation.

Dans la figure (I.2) sont reportés les spectres de dispersion et d'absorption relatifs aux expressions (I.43) et (I.44). Le maximum d'absorption a lieu à une fréquence $f_{\max}$ telle que :

$$f_{\max} = \frac{1}{2\pi\tau} \quad (\text{I.44})$$

On peut aussi exprimer ε'' en fonction de ε' , ce qui conduit à la relation suivante :

$$\left(\varepsilon' - \frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty}{2}\right)^2 + \varepsilon''^2 = \left(\frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{2}\right)^2 \quad (\text{I.45})$$

La représentation de ε'' en fonction de ε' dans le plan est appelée diagramme d'Argand. Dans le modèle de Debye, c'est un demi-cercle de rayon $\frac{1}{2}(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)$, centré au point d'abscisse $\frac{1}{2}(\varepsilon_s + \varepsilon_\infty)$ sur l'axe horizontal, qui coupe l'axe des abscisses aux valeurs ε_s et ε_∞ (figI.2).

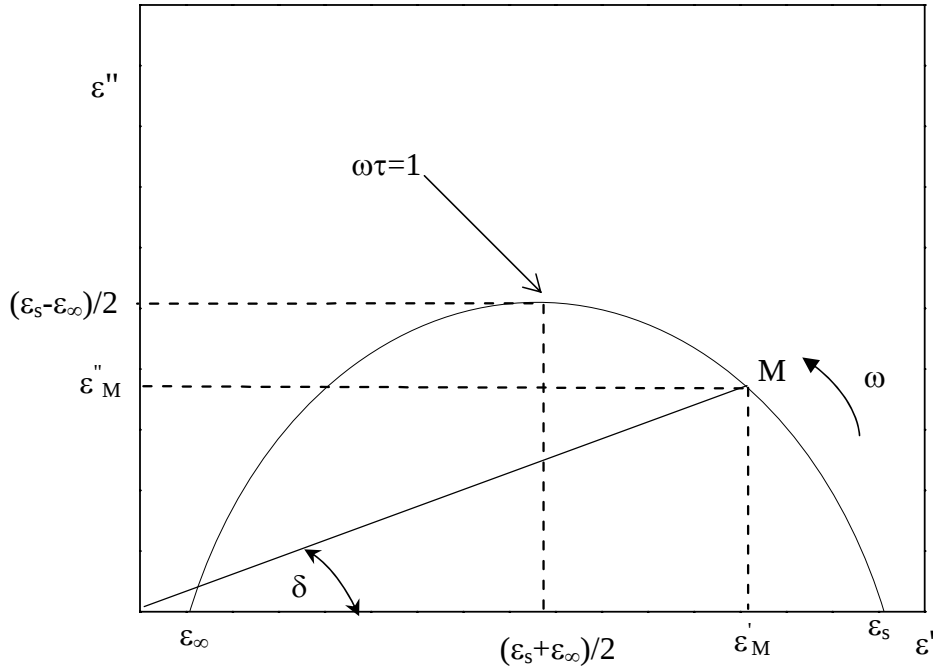


Fig.I.2 : Diagramme d'Argand dans le modèle de Debye

Un diélectrique peut aussi contenir des charges conductrices libres. Dans ce cas, il apparaît sous l'effet du champ électrique un courant de conduction de densité $\vec{J}$ [14,16] telle que:

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \quad (I.46)$$

D'après les équations de MAXWELL, la densité de courant totale est :

$$\overrightarrow{rot \vec{H}} = \vec{J}_T = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad (I.47)$$

Où $\vec{H}$ est le champ magnétique et $\partial \vec{D} / \partial t$ est la densité de courant de déplacement.

En régime sinusoïdal, le déplacement électrique $\vec{D}$ s'exprime par (I.26a). Il s'en suit alors :

$$\text{rot} \vec{H} = \left(\sigma + j\omega \varepsilon^* \varepsilon_0 \right) \vec{E} \quad (\text{I.48})$$

Si le diélectrique est un parfait isolant électrique, la conductivité est nulle et le courant qui apparait est purement un courant de déplacement. On aura dans ce cas :

$$\text{rot} \vec{H} = j\omega \varepsilon_0 \varepsilon^* \vec{E} \quad (\text{I.49})$$

S'il y a de la conductivité électrique, la densité de courant totale s'exprime par (I.48). Mais en ramenant cette dernière sous la forme de (I.49), en introduisant une *permittivité généralisée*.

$$\varepsilon_c^* = \varepsilon_c' - j\varepsilon_c'' \quad (\text{I.50})$$

Il vient alors :

$$\text{rot} \vec{H} = \left(\sigma + j\omega \varepsilon^* \varepsilon_0 \right) \vec{E} = j\omega \varepsilon_0 \varepsilon_c^* \vec{E} \quad (\text{I.51})$$

Il en découle :

$$\varepsilon_c^* = \varepsilon^* - j \frac{\sigma}{\varepsilon_0 \omega} \quad (\text{I.52})$$

Ou encore, en exprimant les parties réelle et imaginaire :

$$\varepsilon_c' = \varepsilon'(\omega) \quad (\text{I.53a})$$

$$\varepsilon_c'' = \varepsilon''(\omega) + \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \quad (\text{I.53b})$$

La conduction électrique ne fait donc qu'augmenter l'absorption aux basses fréquences. Aux très basses fréquences, les pertes diélectriques s'annulent ce qui donne (figI.3) :

$$\varepsilon_c''(\omega \rightarrow 0) = \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \quad (\text{I.54})$$

D'où :

$$\sigma = \omega \varepsilon_0 \varepsilon_c'' (\omega \rightarrow 0) \quad (I.55)$$

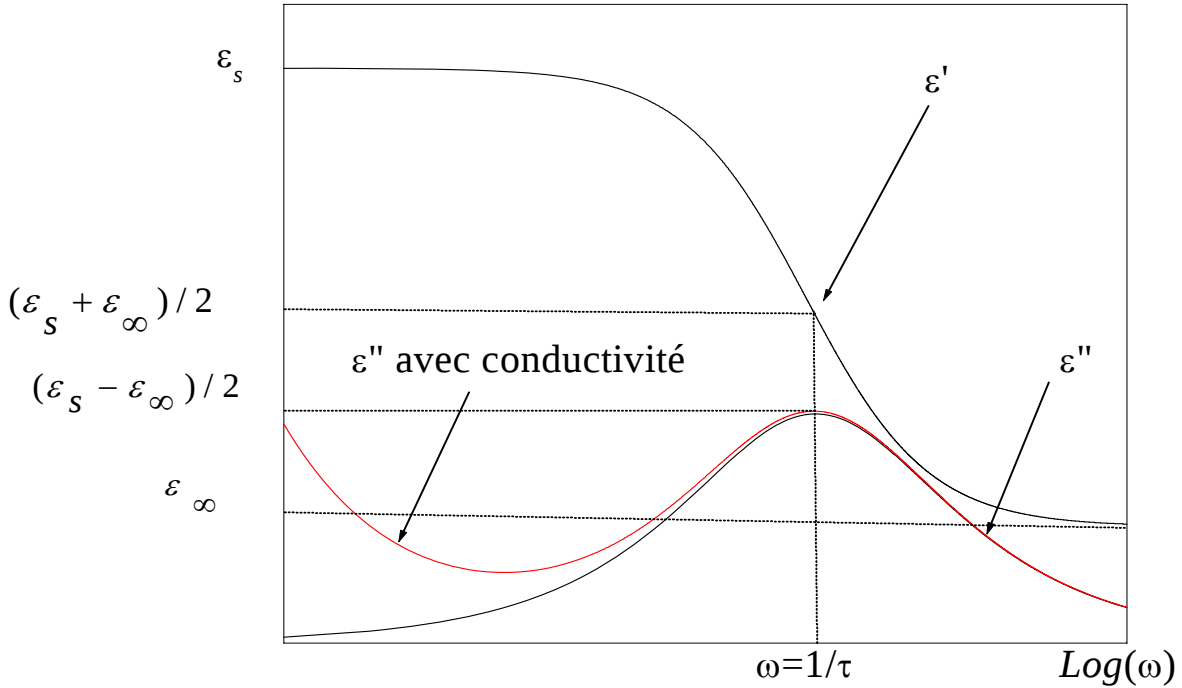


Fig.I.3 : spectres de dispersion et d'absorption pour un seul temps de relaxation avec influence de la conductivité électrique

I.6.2- Cas d'une distribution des temps de relaxation :

Les résultats expérimentaux ne sont pas toujours conformes à la théorie de DEBYE. Ceci s'explique par le fait que les dipôles ne sont pas tous identiques et l'interaction entre eux n'est pas négligeable. La rotation d'une molécule dépend de sa géométrie et de sa position par rapport à ses voisins. Cette complexité fait que chaque dipôle possède un temps de relaxation propre à lui ou à un groupe restreint de dipôles. Il existe donc réellement une distribution des temps de relaxation.

Pour obtenir un meilleur accord avec l'expérience, COLE et COLE [17] ont introduit une expression empirique de la permittivité relative complexe :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (j\omega\tau_0)^\alpha} \quad (I.56)$$

τ_0 est le temps de relaxation le plus probable. Il s'exprime par :

$$\tau_0 = \frac{1}{\omega_0} = \frac{1}{2\pi f_0}$$

Où f_0 est la fréquence de relaxation.

α est un paramètre positif de valeur inférieure à l'unité. Si $\alpha=0$, on retombe dans le modèle de Debye (un seul temps de relaxation).

En séparant les parties réelle et imaginaire, on trouve [6] :

$$\varepsilon' = \varepsilon_\infty + (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \frac{1 + (\omega\tau)^\alpha \cos(\alpha\pi/2)}{1 + 2(\omega\tau)^\alpha \cos(\alpha\pi/2) + (\omega\tau)^{2\alpha}} \quad (I.57a)$$

$$\varepsilon'' = (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \frac{(\omega\tau)^\alpha \sin(\alpha\pi/2)}{1 + 2(\omega\tau)^\alpha \cos(\alpha\pi/2) + (\omega\tau)^{2\alpha}} \quad (I.57b)$$

Le diagramme d'Argand dans le modèle de COLE et COLE est un arc de cercle centré en dessous de l'axe des abscisses. Il coupe l'axe des abscisses aux valeurs ε_s et ε_∞ sous un même angle (Fig.I.4). Il est symétrique par rapport à la droite verticale qui passe par $\varepsilon' = \frac{1}{2}(\varepsilon_s + \varepsilon_\infty)$ et présente un maximum d'absorption en ce même point, ce qui a lieu à une fréquence égale à la fréquence de relaxation f_0 .

Pour déterminer géométriquement f_0 , et par conséquent τ_0 , on utilise la formule suivante :

$$\frac{X}{Y} = \left(\frac{f_M}{f_0} \right) \quad (I.58)$$

Où f_M est la fréquence associée à un point quelconque sur l'arc ; X et Y sont les longueurs des segments reliant ce point aux extrémités de l'arc comme il est montré à la figure (I.4).

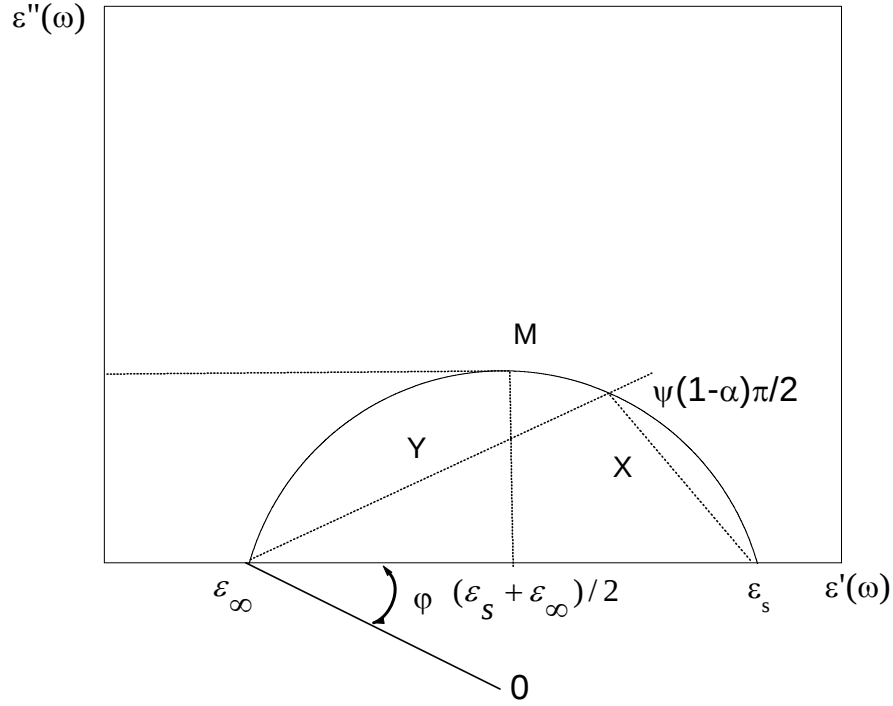


Fig.I.4 : Diagramme d'Argand dans le modèle de Cole et Cole

L'axe des abscisses et le rayon vecteur dirigé du centre de l'arc à l'une de ses extrémités forment un angle φ qui vaut :

$$\varphi = \alpha \frac{\pi}{2} \quad (I.59)$$

Il existe d'autres formules empiriques de ε^* qui ont été proposés par DAVIDSON et COLE [19], ainsi que par HAVRILLAK et NEGAMI [3], permettant d'étudier de façon très générale les caractères de distribution des temps de relaxation dans les polymères.

La théorie de JONSCHER donne une "loi universelle " permettant de vérifier pratiquement tous types de relaxation. Cette loi est la suivante :

$$\varepsilon''(\omega) = \frac{\varepsilon''_{\max}}{\left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^{-m} + \left(\frac{\omega}{\omega_0}\right)^{1-n}} \quad (I.60)$$

ω_0 est la fréquence de relaxation.

m et n sont des constantes comprises entre zéro et l'unité.

On notera en particulier :

A basses fréquences ($\omega \ll \omega_0$), l'expression (I.60) devient :

$$\varepsilon''(\omega) = \varepsilon''_{\max} \left(\frac{\omega}{\omega_0} \right)^m \quad (\text{I.61})$$

Ou encore :

$$\log\left(\frac{\varepsilon''}{\varepsilon''_{\max}}\right) = m \log\left(\frac{\omega}{\omega_0}\right) \quad (\text{I.62})$$

Pour les fréquences élevées ($\omega \gg \omega_0$), on obtient :

$$\varepsilon''(\omega) = \varepsilon''_{\max} \left(\frac{\omega}{\omega_0} \right)^{n-1} \quad (\text{I.63})$$

Ou encore :

$$\log\left(\frac{\varepsilon''}{\varepsilon''_{\max}}\right) = (n-1) \log\left(\frac{\omega}{\omega_0}\right) \quad (\text{I.64})$$

La représentation bilogarithmique de $\varepsilon''/\varepsilon''_{\max}$ en fonction de ω/ω_0 est illustrée à la figure (I.5). C'est une droite de pente m en basses fréquences, et une droite de pente (n-1) en hautes fréquences. Si m = 1 et n = 0, on retrouve la loi de DEBYE. Les autres cas possibles correspondent aux différentes valeurs de m et n entre zéro et l'unité.

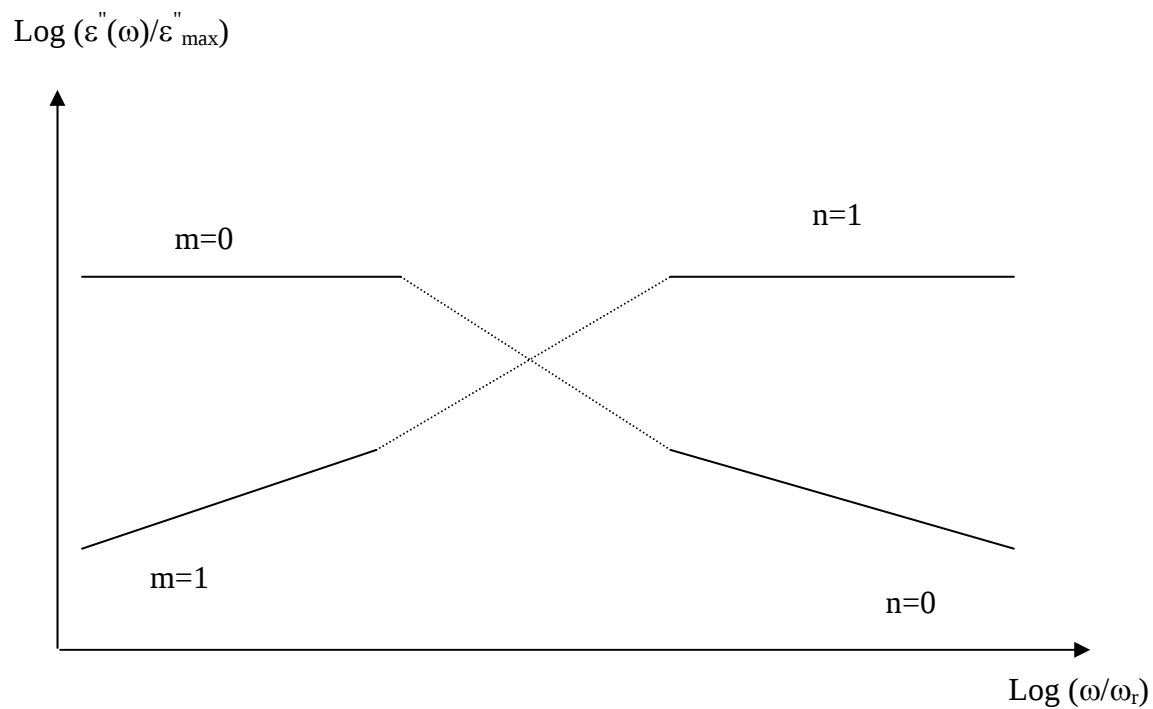


Fig.I.5 : Normalisation de la courbe $\epsilon''(\omega)$

CHAPITRE II

PROPAGATION DANS LES LIGNES TRANSMISSION

Chapitre II

Propagation dans les lignes de transmission

II.1- INTRODUCTION :

On s'intéresse dans ce chapitre à la propagation des ondes électromagnétiques dans les lignes de transmission, ce qui est à la base de la technique expérimentale que nous avons utilisée dans ce travail pour la caractérisation fréquentielle de matériaux diélectriques.

Une ligne de transmission est un guide d'ondes constitué de deux conducteurs électriques reliant un générateur ou émetteur à un récepteur. L'onde est *guidée* par les conducteurs à travers un milieu diélectrique séparant les conducteurs. En hautes fréquences, on utilise généralement trois types de ligne [43] :

- La ligne bifilaire (à deux fils parallèles).
- La ligne bifilaire blindée : les deux fils sont entourés d'une gaine métallique formant écran).
- La ligne coaxiale : elle est constituée de deux conducteurs : un conducteur intérieur cylindrique et un conducteur extérieur tubulaire.

La particularité d'une ligne de transmission par rapport à d'autres guides, tels que le cylindrique ou le rectangulaire, réside dans le mode de propagation principal qui est un mode TEM (transverse électrique et magnétique), ce qui veut dire que les champs électrique $\vec{E}$ et magnétique $\vec{H}$ sont perpendiculaires entre eux, et perpendiculaires aux conducteurs, c'est à dire à la direction de propagation [39]. Ce caractère transversal du champ permet l'étude de la propagation d'ondes dans une ligne à l'aide des concepts « courant » et « tension », ce qui est beaucoup plus simple qu'une étude rigoureuse impliquant les champs $\vec{E}$ et $\vec{H}$.

II.2-MODÉLISATION D'UNE LIGNE ET ÉQUATION DE PROPAGATION :

Considérons une ligne de transmission, alimentée par un générateur à haute fréquence, et fermée à l'autre extrémité sur une charge terminale d'impédance Z_T (Fig. (II.1)).

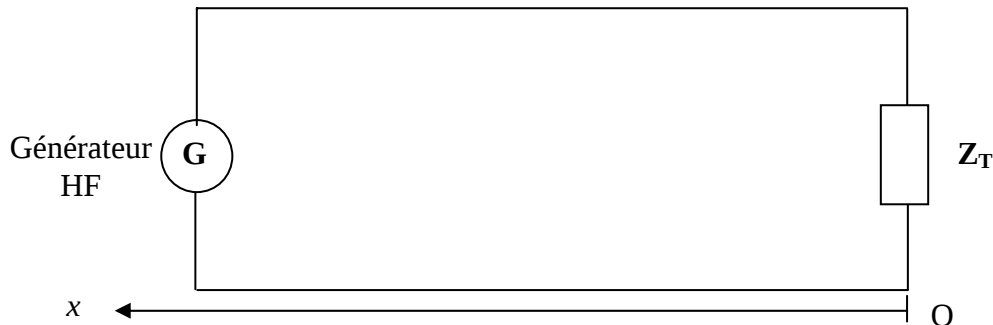


Fig.II.1: Ligne transmission fermée sur une charge

En basses fréquences, lorsque la dimension de la ligne est faible devant la longueur d'onde, le courant et la tension ne varient pratiquement pas le long de la ligne. Les effets de propagation ne se font donc pas ressentir. Dans ce cas, la ligne se comporte comme un circuit à constantes localisées, où les lois de Kirchhoff sont applicables.

En hautes fréquences, lorsque la dimension de la ligne devient comparable ou plus grande que la longueur d'onde, le courant et la tension le long de la ligne varient, ce qui rend inapplicables les lois de Kirchhoff. On dit ici que la ligne se comporte comme un circuit à constantes réparties. Afin de la ramener à un circuit à constantes localisées, on la décompose en une suite en cascade de lignes élémentaires, de longueur dx très petite devant la longueur d'onde de sorte que chaque élément de la ligne se comporte comme un circuit à constantes localisées. Ce dernier est un quadripôle dont les éléments doivent schématiser tous les effets intervenant dans l'élément de ligne [15,23] ; il doit tenir en compte :

- L'énergie dissipée par effet Joule dans les conducteurs, qui est traduite par une **résistance linéique longitudinale R** .
- Le courant véhiculé dans les conducteurs, engendrant un effet de self-induction que l'on modélise par une **inductance linéique longitudinale L** .

- Le phénomène d'influence de charge existant entre les deux conducteurs, qui est traduit par une **capacité linéique transversale C**.
- L'énergie dissipée dans le diélectrique, s'il n'est pas un isolant parfait, qui est modélisée par une **conductance linéique transversale G**.

Finalement, l'élément de ligne est équivalent au quadripôle de la figure (II.2). L'axe a été orienté volontairement de la charge vers le générateur.

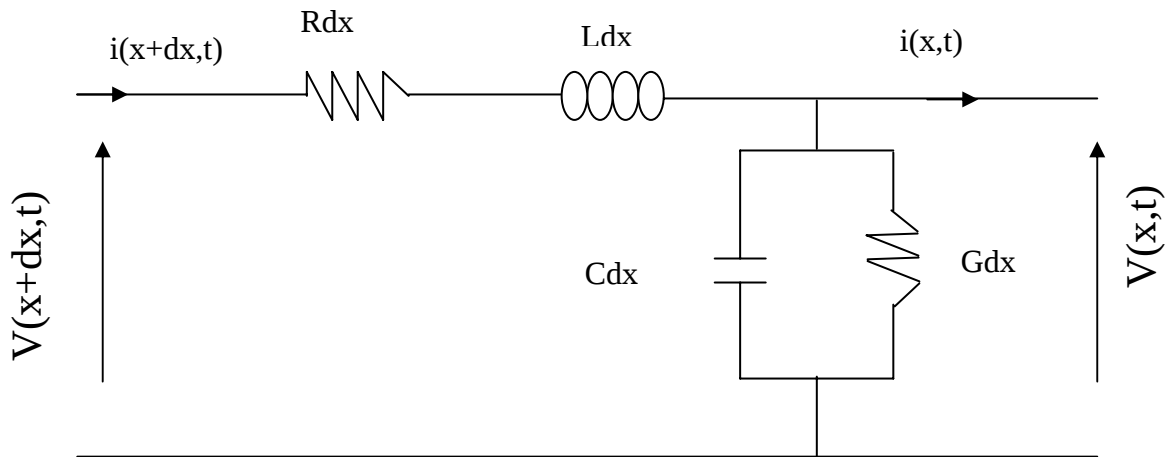


Fig.II.2: Schéma équivalent d'un élément de ligne

L'application des lois de Kirchoff au circuit de la figure (II.2) conduit à :

$$\frac{\partial v}{\partial x} dx = v(x + dx) - v(x) = Ridx + Ldx \frac{\partial i}{\partial t} \quad (\text{II.1})$$

$$\frac{\partial i}{\partial x} dx = i(x + dx) - i(x) = Gvdx + Cdx \frac{\partial v}{\partial t} \quad (\text{II.2})$$

Ce qui conduit à :

$$\frac{\partial v}{\partial x} = Ri + L \frac{\partial i}{\partial t} \quad (\text{II.3})$$

$$\frac{\partial i}{\partial x} = Gv + C \frac{\partial v}{\partial t} \quad (\text{II.4})$$

En combinant les deux dernières relations, on aboutit aux **équations des télégraphistes** :

$$\frac{\partial^2 v}{\partial x^2} = LG \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} + (RC + LG) \frac{\partial v}{\partial t} + RGv \quad (\text{II.5})$$

$$\frac{\partial^2 i}{\partial x^2} = LC \frac{\partial^2 i}{\partial t^2} + (LG + RC) \frac{\partial i}{\partial t} + RGi \quad (\text{II.6})$$

II.3- PROPAGATION EN RÉGIME SINUSOÏDAL :

En régime sinusoïdal, la tension et le courant s'expriment en notation complexe par :

$$v(x, t) = V(x) \exp(j\omega t) \quad (\text{II.7})$$

$$i(x, t) = I(x) \exp(j\omega t) \quad (\text{II.8})$$

$V(x)$, $I(x)$ sont respectivement l'amplitude de la tension et du courant au point d'abscisse x .

Les relations (II.3) et (II.4) deviennent :

$$\frac{\partial v}{\partial x} = \frac{dV}{dx} \exp(j\omega t) = [RI + Lj\omega I] \exp(j\omega t) \quad (\text{II.9})$$

$$\frac{\partial i}{\partial x} = \frac{dI}{dx} \exp(j\omega t) = [Gv + Cj\omega v] \exp(j\omega t) \quad (\text{II.10})$$

D'où :

$$\frac{\partial V}{\partial x} = [R + jL\omega]I \quad (\text{II.11})$$

$$\frac{\partial I}{\partial x} = [G + Cj\omega]V \quad (\text{II.12})$$

Les équations des télégraphistes (II.5) et (II.6) se réécrivent :

$$\frac{\partial^2 V}{\partial x^2} = (R + jL\omega)(G + jC\omega)V \quad (\text{II.13})$$

$$\frac{\partial^2 I}{\partial x^2} = (R + jL\omega)(G + jC\omega)I \quad (\text{II.14})$$

Ces deux dernières relations révèlent une grandeur importante, dont l'expression est :

$$\gamma = \sqrt{(R + jL\omega)(G + jC\omega)} \quad (\text{II.15})$$

C'est la **constante de propagation** ; une quantité complexe qui peut se mettre sous la forme :

$$\gamma = \alpha + j\beta \quad (\text{II.16})$$

α est le coefficient d'atténuation de l'onde, ou constante d'amortissement.

β est le coefficient de phase.

Compte-tenu de (II.15), les solutions générales de (II.13) et (II.14) sont :

$$V(x) = V_i e^{\gamma x} + V_r e^{-\gamma x} \quad (\text{II.17})$$

$$I(x) = I_i e^{\gamma x} + I_r e^{-\gamma x} \quad (\text{II.18})$$

En portant ces expressions dans (II.9) et (II.10), il apparaît que :

$$\frac{V_i}{I_i} = -\frac{V_r}{I_r} = Z_c \quad (\text{II.19})$$

Avec :

$$Z_c = \sqrt{\frac{R + jL\omega}{G + jC\omega}} \quad (\text{II.20})$$

La grandeur exprimée dans (II.20) a la dimension d'une impédance ; c'est l'**impédance caractéristique** de la ligne. Elle dépend de deux termes :

$(R + jL\omega)$, qui est l'impédance linéique de la ligne.

$(G + jC\omega)$, qui est l'admittance linéique de la ligne.

Compte-tenu de (II.16, 17, 18 et 19), les expressions (II.7) et (II.8) deviennent :

$$v(x, t) = V_i e^{\alpha x} e^{j(\omega t + \beta x)} + V_r e^{-\alpha x} e^{j(\omega t - \beta x)} \quad (\text{II.21})$$

$$i(x, t) = \frac{1}{Z_C} \left(V_i e^{\alpha x} e^{j(\omega t + \beta x)} - V_r e^{-\alpha x} e^{j(\omega t - \beta x)} \right) \quad (\text{II.22})$$

Ces expressions sont la somme de deux termes [15, 39] :

- L'un dont l'amplitude diminue lorsque x diminue, c'est à dire pour un déplacement du générateur vers le récepteur. Il représente l'onde incidente.
- L'autre a une amplitude qui diminue lorsque x croît, c'est à dire pour un déplacement de la charge vers le générateur. Il représente l'onde réfléchie par la charge.

Par ailleurs, on montre en électromagnétisme que le coefficient de phase est lié à la longueur d'onde λ par la relation :

$$\beta = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (\text{II.23})$$

Si le diélectrique dans la ligne est l'air, que l'on peut d'ailleurs considérer comme une bonne approximation du vide, on peut alors réécrire la dernière relation en fonction de la fréquence angulaire de l'onde ω comme suit :

$$\beta_0 = \frac{\omega}{c} \quad (\text{II.24})$$

Où c est la célérité de la lumière dans le vide.

Dans l'air, il n'y a pas des pertes diélectriques ($G = 0$). Si en plus la ligne ne présente pas de pertes de conduction ($R = 0$), le coefficient d'atténuation sera alors nul. La constante de propagation se réduit dans ce cas à un imaginaire pur :

$$\gamma_0 = j\beta_0 = j\frac{\omega}{c} \quad (\text{II.25})$$

Lorsqu'on remplace l'air par un diélectrique non magnétique ($\mu = 1$) de permittivité relative complexe $\mathcal{E}^*$, la constante de propagation devient :

$$\gamma = j\frac{\omega}{c}\sqrt{\mathcal{E}^*} \quad (\text{II.26})$$

Ici, l'amplitude de l'onde subit une atténuation due à l'existence de pertes diélectriques.

II.4- IMPÉDANCE ET COEFFICIENT DE RÉFLEXION :

II.4.a- Coefficient de réflexion en un point :

On définit le coefficient de réflexion en un point quelconque d'une ligne par le rapport des amplitudes des tensions réfléchie et incidente en ce point :

$$\Gamma(x) = \frac{V_r e^{-\gamma x}}{V_i e^{\gamma x}} = \Gamma_T e^{-2\gamma x} \quad (\text{II.27})$$

Où $\Gamma_T = \Gamma(0) = V_r/V_i$ est le coefficient de réflexion au niveau de la charge terminale.

II.4.b- Impédance en un point :

D'après ce qui précède, la tension et le courant dans une ligne s'expriment par :

$$v(x, t) = (V_i e^{\gamma x} + V_r e^{-\gamma x}) e^{j\omega t} \quad (\text{II.28})$$

$$i(x, t) = Z_C^{-1} (V_i e^{\gamma x} - V_r e^{-\gamma x}) e^{j\omega t} \quad (\text{II.29})$$

L'impédance en un point quelconque de la ligne est le rapport de la tension et du courant :

$$Z(x) = \frac{v(x,t)}{i(x,t)} = Z_C \frac{V_i e^{\gamma x} + V_r e^{-\gamma x}}{V_i e^{\gamma x} - V_r e^{-\gamma x}} \quad (\text{II.30})$$

Ou encore, utilisant (II.26) :

$$Z(x) = Z_C \frac{1 + \Gamma_T e^{-2\gamma x}}{1 - \Gamma_T e^{-2\gamma x}} = Z_C \frac{1 + \Gamma(x)}{1 - \Gamma(x)} \quad (\text{II.31})$$

Ce qui donne aussi :

$$\Gamma(x) = \frac{Z(x) - Z_C}{Z(x) + Z_C} \quad (\text{II.32})$$

En particulier, au niveau de la charge ($x = 0$), on a :

$$Z(0) = Z_T = Z_C \frac{1 + \Gamma_C}{1 - \Gamma_C} \quad (\text{II.33})$$

Ou encore :

$$\Gamma_T = \frac{Z_T - Z_C}{Z_T + Z_C} \quad (\text{II.34})$$

On distingue trois cas particuliers selon la nature de la charge terminale [9,43] :

❖ **Cas d'une ligne court-circuitée :** $Z_T = 0 \Rightarrow \Gamma_T = -1$

La relation (II.31) devient :

$$Z(x) = Z_C \frac{1 - e^{-2\gamma x}}{1 + e^{-2\gamma x}} \quad (\text{II.35})$$

Lorsque la ligne est fermée par un court-circuit, l'onde réfléchie à la même amplitude que l'onde incidente mais en opposition de phase.

❖ **Cas d'une ligne ouverte :** $Z_T = \infty \Rightarrow \Gamma_T = 1$

La relation (II.31) devient :

$$Z(x) = Z_C \frac{1 + e^{-2\gamma x}}{1 - e^{-2\gamma x}} \quad (\text{II.36})$$

Lorsque la terminaison de la ligne est ouverte, l'onde réfléchie à la même amplitude que l'onde incidente avec la même phase.

❖ **Cas d'une ligne adaptée :** $Z_T = Z_C \Rightarrow \Gamma_T = 0$

La relation (II.31) conduit à :

$$Z(x) = Z_C \quad (\text{II.37})$$

Lorsque la ligne est fermée sur une charge d'impédance égale à son impédance caractéristique, l'onde incidente est entièrement absorbée par la charge. Il n'y a pas de réflexion dans ce cas et tout se passe comme si la ligne se prolongeait indéfiniment. Donc, l'impédance caractéristique est l'impédance en tout point de la ligne lorsqu'il ne se propage qu'une onde incidente.

II.5 - APPLICATION A UNE LIGNE A AIR COAXIALE SANS PERTES RENFERMANT UN DIÉLECTRIQUE :

Nous allons développer dans ce qui suit la théorie relative à la technique utilisée pour déterminer la permittivité relative complexe d'un matériau diélectrique. Celle-ci est basée sur l'étude de la réflexion dans une ligne à air coaxiale contenant le matériau sous test, en utilisant les formules développées précédemment. La figure (II.3) représente un tronçon de ligne à air coaxiale sans pertes, dans lequel est introduit le diélectrique étudié sur une longueur d . La ligne est fermée sur une impédance terminale Z_T .

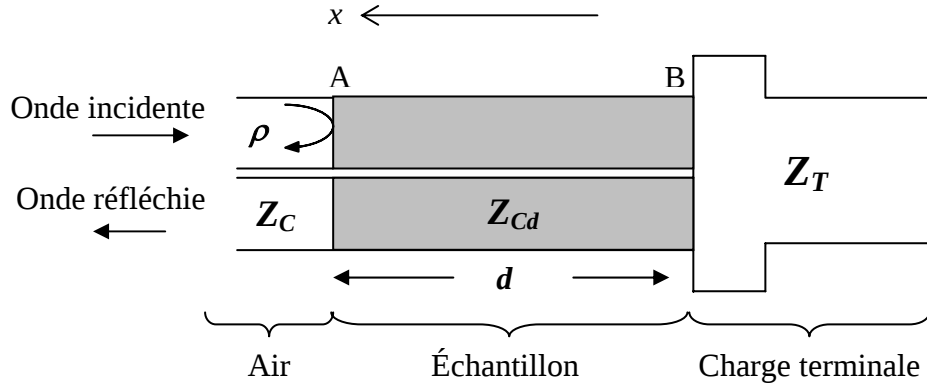


Fig.II.3: Réflexion sur une ligne contenant un diélectrique.

Pour un diélectrique non magnétique, on montre que l'impédance caractéristique du tronçon de ligne contenant le diélectrique est [27] :

$$Z_{Cd} = \frac{Z_C}{\sqrt{\epsilon^*}} \quad (\text{II.38})$$

La présence d'un diélectrique autre que l'air dans la ligne provoque un mécanisme de réflexions multiples. D'abord, l'onde incidente se propageant dans l'air subit une première réflexion à la face d'entrée de l'échantillon (plan A). Cette réflexion initiale est caractérisée par le **coefficient de première réflexion (ρ)**, que l'on exprime par :

$$\rho = \frac{Z_{Cd} - Z_C}{Z_{Cd} + Z_C} \quad (\text{II.39})$$

Et compte-tenu de (II.38), il vient :

$$\rho = \frac{1 - \sqrt{\epsilon^*}}{1 + \sqrt{\epsilon^*}} \quad (\text{II.40})$$

Une partie de l'onde est aussi transmise à travers le diélectrique et progresse normalement jusqu'à la prochaine rupture d'impédance qui a lieu à l'interface entre l'échantillon et la charge (plan B). Là encore, une partie de l'onde est réfléchiée et retourne vers la première interface (plan A) où il se produit de nouveau une réflexion et une transmission...etc.

Un processus de multi-réflexion s'établit sur les deux faces de l'échantillon, faisant émerger du côté du tronçon contenant l'air une infinité d'ondes « retour » dont la résultante constitue l'onde totale réfléchiée. On définit le **coefficient de réflexion totale** à l'entrée de l'échantillon par le rapport de l'amplitude de l'onde totale réfléchiée et celle de l'onde incidente au plan (A). On peut calculer ce coefficient partant d'un schéma de réflexions multiples, ce qui permet au passage d'exprimer l'amplitude de chaque onde réfléchiée ou transmise. On peut cependant se passer de cette démarche, en traitant l'ensemble « échantillon et charge Z_T » comme une charge effective d'impédance Z_A . D'après (II.34), le coefficient de réflexion totale à l'entrée de l'échantillon est alors :

$$\Gamma_A = \frac{Z_A - Z_C}{Z_A + Z_C} \quad (\text{II.41})$$

D'autre part, l'impédance au plan (A) vue depuis le plan (B) est d'après (II.31) :

$$Z_A = Z_{Cd} \frac{1 + \Gamma_B e^{-2\gamma d}}{1 - \Gamma_B e^{-2\gamma d}} \quad (\text{II.42})$$

Où γ est la constante de propagation dans le diélectrique, exprimée par (II.26).

En remplaçant (II.42) dans (II.41), et tenant compte de (II.39) et (II.26), il apparaît :

$$\Gamma_A = \frac{\rho + \Gamma_B \exp(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon^*})}{1 + \rho \Gamma_B \exp(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon^*})} \quad (\text{II.43})$$

Le coefficient de réflexion totale au plan B est d'après la relation (II.34) :

$$\Gamma_B = \frac{Z_T - Z_{Cd}}{Z_T + Z_{Cd}} \quad (\text{II.44})$$

Γ_A est le coefficient de réflexion totale à la première interface air-diélectrique. Il est fonction de la longueur de l'échantillon d , de sa permittivité relative ϵ^* et de la pulsation de l'onde ω , mais dépend aussi de la nature de la charge terminale :

➤ **Ligne court-circuitée :**

Si on réalise un court-circuit à la sortie de l'échantillon : $Z_T = 0 \Rightarrow \Gamma_B = -1$.

La relation (II.43) se réécrit :

$$\Gamma_A = \frac{\rho - \exp(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon^*})}{1 - \rho \exp(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon^*})} \quad (\text{II.45})$$

➤ **Ligne ouverte :**

Si on réalise un circuit ouvert à la sortie de l'échantillon : $Z_T = \infty \Rightarrow \Gamma_B = 1$.

La relation (II.43) se réécrit :

$$\Gamma_A = \frac{\rho + \exp(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon^*})}{1 + \rho \exp(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon^*})} \quad (\text{II.46})$$

➤ **Ligne adaptée :**

Si on ferme la ligne à la sortie de l'échantillon par une charge d'impédance égale à l'impédance caractéristique de la ligne à air : $Z_T = Z_C \Rightarrow \Gamma_B = -\rho$.

La relation (II.43) se réécrit :

$$\Gamma_A = \rho \frac{1 - \exp(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon^*})}{1 - \rho^2 \exp(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon^*})} \quad (\text{II.47})$$

Si l'on dispose d'un moyen permettant la mesure du coefficient de réflexion totale à la face d'entrée de l'échantillon, chacune des trois relations (II.45), (II.46) ou (II.47), en prenant en compte (II.40), permet le calcul de la permittivité relative complexe par une méthode itérative.

CHAPITRE III

TECHNIQUES UTILISÉES POUR LA DÉTERMINATION DE LA PERMITTIVITÉ DIÉLECTRIQUE

Chapitre III

Techniques utilisées pour la détermination de la permittivité diélectrique

III.1-INTRODUCTION :

La caractérisation diélectrique d'un matériau se ramène à la détermination de sa permittivité relative complexe ($\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$) en fonction de la fréquence, grandeur qui traduit l'interaction du matériau avec la partie électrique du champ électromagnétique auquel il est soumis.

De manière générale, pour déterminer la permittivité relative d'un matériau, on place un échantillon de ce matériau à l'intérieur d'une cellule de mesure appropriée, et on soumet l'ensemble à un signal électrique bien choisi, permettant à travers l'analyse de la réponse obtenue de remonter aux propriétés du matériau en fonction de la fréquence. Différentes techniques ont été mises au point pour mesurer la permittivité relative. Ces méthodes se répartissent en deux classes :

- Méthodes de résonance.
- Méthodes de non résonance.

Nous allons donner dans ce qui suit une brève description des méthodes de résonance. Nous mettrons l'accent surtout sur les méthodes de non résonance, que l'on désigne le plus souvent par "**méthodes des lignes**", car notre expérimentation s'inscrit dans le cadre de ces méthodes.

III.2-MÉTHODES DE RÉSONNANCE :

Les méthodes de résonance s'appliquent dans le domaine fréquentiel, où l'excitation électrique est une fonction sinusoïdale du temps. Ce sont des méthodes très précises mais pas adaptées à des mesures large-bande car elles nécessitent autant de manipulations que le nombre de fréquences de mesure. Dans ces méthodes, la permittivité est déduite à la résonance par la mesure de la fréquence de résonance et le facteur de qualité [26]. Parmi ces techniques, on cite en exemple : la méthode du *Q-mètre* dans le domaine des radiofréquences [29, 36] et la méthode des *cavités résonantes* dans le domaine micro-ondes [38].

III.2.1 -Méthode du Q-mètre (22kHz-70MHz):

Le principe de cette méthode est basé sur l'étude de la résonance série d'un circuit oscillant LC. On applique une tension sinusoïdale à un ensemble formé d'une bobine, connectée en série à une cellule de mesure capacitive contenant l'échantillon sous test, ainsi qu'un condensateur de capacité variable. La résistance du circuit équivaut aux pertes dans tout le circuit, y compris les pertes diélectriques. On cherche la résonance en faisant varier la capacité variable en maintenant la fréquence fixe, ou en variant la fréquence en gardant la capacité fixe. La détermination des parties réelle et imaginaire de la permittivité se ramène à la mesure de la variation de l'admittance de la cellule à la résonance, entre sa valeur lorsqu'elle est vide et sa valeur lorsqu'elle contient l'échantillon [33].

III.2.2 - Méthode des cavités résonantes :

Cette méthode est largement utilisée pour mesurer la conductivité et la constante diélectrique de matériaux dans le domaine micro-ondes. La méthode consiste à introduire un échantillon de faibles dimensions et de forme appropriée dans une cavité, et le soumettre à une onde électromagnétique sinusoïdale. D'abord, on mesure la fréquence de résonance de la cavité vide et le facteur de qualité, ces derniers étant pris comme valeurs de référence. L'introduction du diélectrique dans la cavité engendre un déplacement de fréquence ainsi qu'un changement de valeur du facteur de qualité. La partie réelle de la permittivité est calculée à partir du décalage de la fréquence de résonance. La partie imaginaire est liée à la variation du facteur de qualité [34, 35,38].

III.3- MÉTHODES DES LIGNES (méthodes de non résonance) :

Dans ce travail, nous nous intéressons plus particulièrement à ces méthodes, qui sont basées sur l'étude de la réflexion et /ou la transmission d'ondes dans un guide d'onde métallique contenant l'échantillon étudié. En général, ces méthodes offrent diverses possibilités pour déterminer la permittivité de l'échantillon. On peut le faire en analysant la première onde réfléchie, la première onde transmise, ou la totalité des ondes réfléchies ou transmises, mais cela dépend du type d'instrumentation utilisée, et fait ressortir encore dans les méthodes des lignes deux catégories :

- Les méthodes fréquentielles.
- Les méthodes temporelles.

III.3.1 -Méthodes fréquentielles :

Dans les méthodes fréquentielles, on applique à la ligne contenant l'échantillon une tension sinusoïdale, de fréquence variable sur une certaine gamme. La réponse est obtenue directement en fonction de la fréquence, et n'est autre que le coefficient de réflexion totale à l'entrée de l'échantillon, ou le coefficient de transmission totale à sa sortie. Par la mesure de l'un ou l'autre de ces coefficients, il est possible de déduire la permittivité relative du matériau étudié. Parmi les techniques employées pour ce type de mesures, on cite l'ancienne méthode de la ligne fendue, et plus récemment, les analyseurs de réseaux.

▪ Méthode de la ligne fendue :

Cette technique permet de mesurer le coefficient de réflexion totale d'une charge placée à la fin d'une ligne de transmission. Pour cela, on utilise une sonde électrique montée sur un chariot que l'on peut déplacer avec précision le long de la ligne. Cette sonde est reliée à un circuit appelé "indicateur d'onde stationnaire"(fig. III.1), composé [12,40] :

- o D'un cristal détecteur ;
- o D'une capacité qui peut se réduire parfois à la capacité parasite ;
- o D'un milliampèremètre continu.

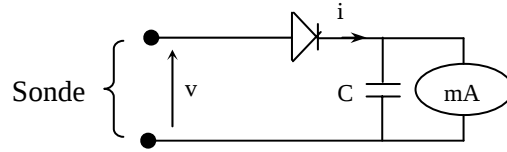


Fig.III.1 : Indicateur d'ondes stationnaires.

Le courant est proportionnel au carré de la tension sur la ligne à l'endroit où se trouve la sonde. On déplace alors la sonde le long de la ligne jusqu'à obtenir un minimum et un maximum de courant, correspondant respectivement à un minimum et à un maximum de tension sur la ligne. On déduit alors le rapport d'onde stationnaire (ROS) par [7] :

$$ROS = \rho = \frac{V_{\max}}{V_{\min}} = \sqrt{\frac{I_{\max}}{I_{\min}}} \quad (\text{III.1})$$

Le module du coefficient de réflexion de la charge est donné par :

$$|\Gamma| = \frac{\rho - 1}{\rho + 1} \quad (\text{III.2})$$

La phase ϕ est calculée à partir du relevé de la position x_m d'un minimum de tension, c'est-à-dire un minimum de courant, à l'aide de la relation suivante :

$$\phi = 2\beta x_m + \pi \quad (\text{à } 2k\pi \text{ près}) \quad (\text{III.3})$$

Où β est le terme de phase de l'onde déjà défini dans le chapitre II.

▪ **Analyseurs de réseaux :**

Ce sont des appareils complexes qui peuvent couvrir de larges gammes de fréquences, pouvant atteindre la centaine de Gigahertz [22, 24, 28]. On distingue les analyseurs scalaires les analyseurs vectoriels [4]. Un analyseur scalaire ne mesure que les amplitudes des signaux mis en jeu. Un analyseur vectoriel permet l'acquisition du module et de la phase (fig. III.2), ce dont on a besoin en caractérisation diélectrique. Particulièrement utilisés en microélectronique

pour la caractérisation hyperfréquences de composant HF, ils sont capables (en ce qui nous concerne) de réaliser des mesures en réflexion et transmission totales sur une cellule diélectrique appropriée.

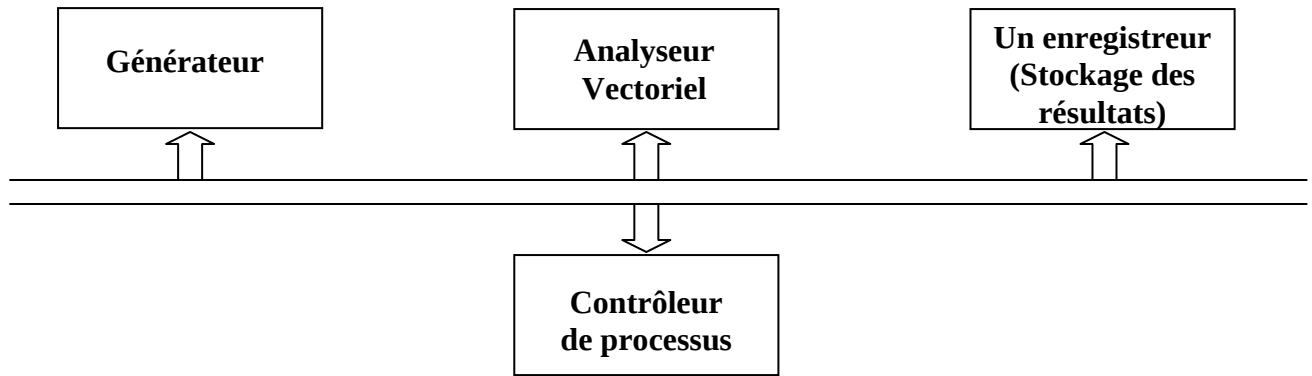


Fig. III.2 : Configuration minimale d'un analyseur de réseaux

Le principe de la mesure consiste à envoyer vers l'échantillon une onde, qui est délivrée par un générateur à travers une ligne de transmission fermée sur une charge terminale. La ligne est connectée au porte-échantillon de l'analyseur, et doit avoir une impédance caractéristique à vide égale à l'impédance caractéristique du porte-échantillon (égale en général à 50Ω) pour éviter une réflexion initiale à l'entrée de la ligne. Les ondes incidentes et réfléchies HF sont récupérées par des coupleurs directifs, pour être converties en signaux basses fréquences par des têtes d'échantillonnage, ce qui permet au processeur de mieux les traiter en vue de leur visualisation.

Si l'analyseur est doté en plus d'un deuxième porte-échantillon, il est possible de mener des mesures en transmission, en connectant l'autre extrémité de la ligne (qui doit être déconnectée de la charge) à ce second porte-échantillon.

Les mesures effectuées par un analyseur de réseau sont entachées d'**erreurs systématiques**. Ce sont des erreurs répétitives, que l'on attribue à :

- o Réponse en fréquence des câbles.
- o Directivité limitée du coupleur.
- o Désadaptation des porte-échantillons.
- o Réponse en fréquence du coupleur.

Pour compenser ces erreurs, on effectue une opération préliminaire avant toute mesure, que l'on appelle **calibration**. Cette opération passe par un contrôleur de processus utilisant une méthode de correction vectorielle, dite "**trois points**", qui consiste à analyser trois impédances étalons : un court circuit, un circuit ouvert, et une charge adaptée. Les réponses de ces charges sont stockées dans la mémoire de l'analyseur, et sont utilisées par l'algorithme de correction pour corriger les mesures relatives aux charges testées.

L'un des gros avantages des mesures fréquentielles à l'aide des analyseurs de réseaux, est de pouvoir couvrir de larges gammes de fréquences en un temps très court. Ces méthodes restent toutefois moins précises que les méthodes de résonance.

III.3.2 -Méthodes temporelles :

Ces méthodes font appel à la **réflectométrie en domaine de temps (TDR)**. La technique consiste à faire propager dans une ligne à air coaxiale sans pertes contenant l'échantillon étudié, un échelon de tension de temps de montée très bref [28, 30 ,37]. Comme pour le cas des méthodes fréquentielles, le signal se propage normalement jusqu'à la rupture d'impédance à l'interface air-échantillon, où se produisent une première réflexion et une première transmission. Il s'établit donc un mécanisme de réflexions et transmissions multiples au niveau des deux interfaces de l'échantillon, exactement comme on l'a décrit dans le chapitre précédent.

Le signal renvoyé par l'échantillon s'additionne à l'échelon incident pour constituer la réponse totale, qui est un signal dépendant du temps. Ce dernier est échantillonné grâce à une tête d'échantillonnage puis visualisée sur l'écran d'un oscilloscope. Cette réponse temporelle doit ensuite être traitée, en la transposant au domaine fréquentiel par application de la *transformée de Fourier discrète*, pour remonter enfin au coefficient de réflexion ou de transmission en fonction de la fréquence [32]. Soulignons au passage que la fréquence

maximale que peut assurer cette technique est inversement proportionnelle au temps de montée de l'échelon. Auparavant, l'échelon était fourni par des diodes tunnel, mais actuellement, les diodes à pas de recouvrement rapide sont plus employées car elles réalisent des performances presque identiques avec une meilleure stabilité en temps.

Le principal avantage de cette technique est qu'à partir d'une seule et unique mesure, il est possible de couvrir une large gamme de fréquences, pouvant atteindre 10 GHz. Ses faiblesses sont essentiellement attribuées aux erreurs de traitement du signal et au glissement de l'origine du temps. On appelle cette technique de caractérisation "**spectroscopie diélectrique en domaine de temps**" (fig. III.3).

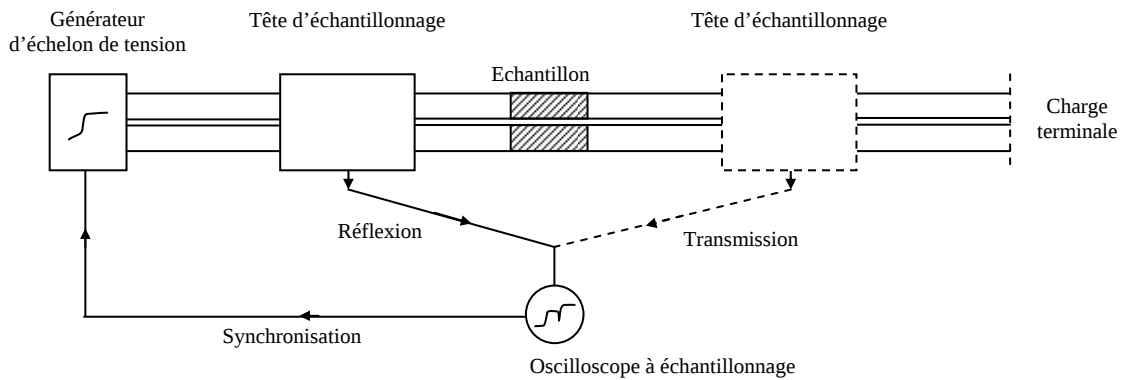


Fig.III.3 : Système de base en spectroscopie diélectrique temporelle.

Comme les méthodes fréquentielles, cette méthode temporelle permet la détermination de la permittivité à partir de la mesure du coefficient de réflexion totale, ou le coefficient de transmission totale. Cependant, les méthodes fréquentielles ne permettent pas de quantifier le coefficient de première réflexion. La réflectométrie temporelle a cet atout et permet le calcul de la permittivité par la méthode dite, de la **première réflexion**.

Cette méthode consiste à ne prendre en compte que la première réflexion qui se produit à la première interface air-échantillon. Pour cela, il faudrait déjà que la longueur de l'échantillon soit assez importante pour que l'on puisse faire apparaître clairement dans le signal observé la première réflexion [13, 21, 31]. Il faudrait ensuite jouer sur la largeur de la fenêtre d'observation dans l'écran de l'oscilloscope pour rejeter toutes les réflexions secondaires et ne garder que la première réflexion.

La permittivité relative complexe est déduite à partir du coefficient de première réflexion ρ par la relation (II.37) du précédent chapitre, ce qui conduit à :

$$\varepsilon^* = \left(\frac{1 - \rho}{1 + \rho} \right)^2 \quad (\text{III.4})$$

L'un des inconvénients de cette méthode est le fait d'utiliser de grandes quantités d'échantillons. Par ailleurs, elle possède une faible dynamique de phase ce qui la rend sensible à un éventuel décalage de l'origine du temps.

CHAPITRE IV

DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL

Chapitre IV

Dispositif expérimental

IV.1- INTRODUCTION :

Le dispositif expérimental que nous avons utilisé est constitué des éléments suivants :

- Un analyseur d'impédance vectoriel de type HP4191A.
- Une ligne à air coaxiale sans pertes, d'impédance caractéristique égale à 50Ω .
- Trois charges étalons correspondants à :
 - un court-circuit (impédance nulle).
 - un circuit ouvert (impédance infinie).
 - une charge adaptée (impédance égale à 50Ω).
- Un micro-ordinateur muni d'une carte d'interface GPIB-PC2A pour la commande de l'appareil et gestion informatique des données.

IV.2- L'ANALYSEUR D'IMPÉDANCE HP4191A :

IV.2.1- Principe de mesure :

L'analyseur d'impédance HP4191A est un analyseur vectoriel fréquentiel opérant dans la gamme de fréquences 10MHz-1GHz. Il mesure entre autre le coefficient de réflexion complexe d'une charge inconnue, en donnant sa partie réelle et imaginaire ou son module et sa phase, en fonction de la fréquence.

Dans notre cas, la charge inconnue est une cellule de mesure contient un échantillon et ferme par une charge adaptée d'impédance égale à 50Ω .

Le circuit de base de l'analyseur est constitué d'un pont directionnel purement résistif composé de cinq résistances fixes et identiques, de valeur $Z_c=50\Omega$. Le circuit est complété en connectant la charge inconnue d'impédance Z_x au porte-échantillon de l'analyseur, qui a aussi une impédance caractéristique de 50Ω (figV.1).

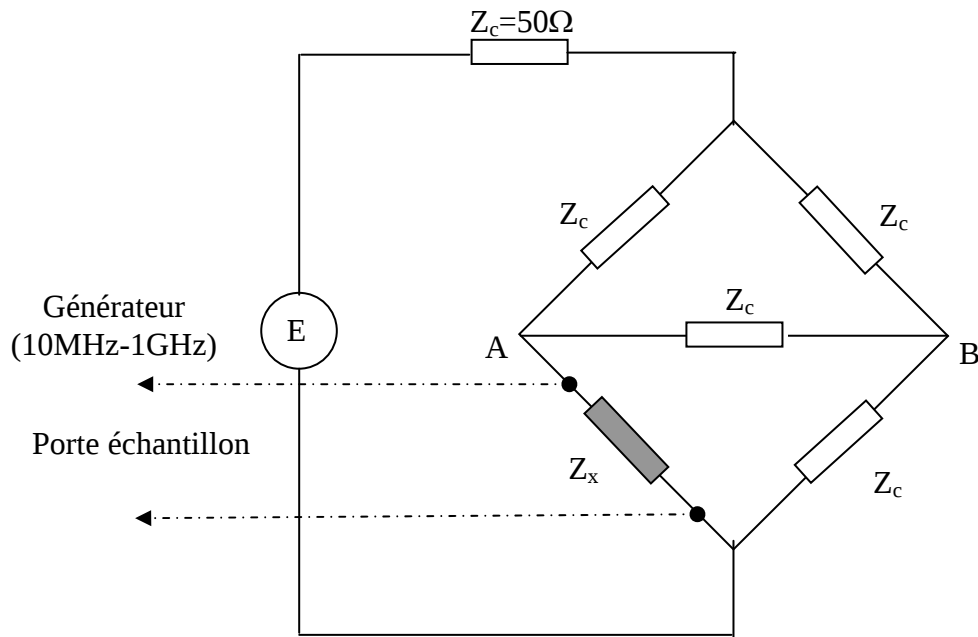


Fig. IV.1 : Circuit de base de l'analyseur d'impédance HP4191A

Pour une tension E délivrée par le générateur, on montre en utilisant les lois de Kirchoff qu'il apparaît entre les points A et B une tension :

$$V_{AB} = \frac{1}{8} \frac{Z_x - Z_c}{Z_x + Z_c} E = \frac{1}{8} \Gamma E \quad (\text{IV.1})$$

Dans cette relation apparaît le terme :

$$\Gamma = \frac{Z_x - Z_c}{Z_x + Z_c} \quad (\text{IV.2})$$

Qui représente le coefficient de réflexion de la charge Z_X .

Ainsi, l'appareil mesure la tension V_{AB} , puis remonte au coefficient de réflexion Γ en utilisant la relation (IV.1). Dans notre cas, la charge inconnue est une cellule de mesure contenant l'échantillon étudié, ce que l'on reverra en détail par la suite [1, 5, 12].

En utilisant des formules de conversions programmées et gardées en mémoire, l'analyseur déduit d'autres grandeurs physiques caractérisant la charge inconnue à partir du coefficient de réflexion, telles que l'impédance, l'admittance, ou encore les circuits équivalents LC et LR, série et parallèle.

IV.2.2- Formules de conversion :

La relation entre le coefficient de réflexion et l'impédance au niveau du porte-échantillon est donnée par la relation (IV.2), Z_C étant égale à l'impédance caractéristique du porte-échantillon (50Ω). Il s'en suit que l'impédance Z_X est donnée par :

$$Z_x = Z_C \frac{1+\Gamma}{1-\Gamma} = R + jX = |Z_x| \exp(j\theta) \quad (IV.3)$$

R : partie réelle de l'impédance (résistance de la charge inconnue).

X : partie imaginaire de l'impédance (réactance de la charge inconnue).

$|Z_x|$: module de l'impédance de la charge inconnue.

θ : phase de l'impédance de la charge inconnue.

L'analyseur permet de déduire aussi la valeur de l'admittance de la charge inconnue, qui est donnée par :

$$Y_x = \frac{1}{Z_x} = G + jB = |Y_x| \exp(j\phi) \quad (IV.4)$$

G : partie réelle de l'admittance (conductance de la charge inconnue).

B : partie imaginaire de l'admittance (susceptance de la charge inconnue).

$|Y_x|$: module de l'admittance de la charge inconnue.

φ : phase de l'admittance de la charge inconnue.

Ou encore, à partir du coefficient de réflexion :

$$Y_x = \frac{1}{Z_C} \frac{1-\Gamma}{1+\Gamma} \quad (\text{IV.5})$$

IV.2.3-Calibration de l'Analyseur :

Il est important de noter que dans la pratique les mesures réalisées par l'analyseur d'impédance HP4191A, sont entachées d'erreurs; On distingue alors deux types d'erreurs; Erreurs aléatoires et erreurs systématiques.

Les erreurs aléatoires sont des erreurs non contrôlables, par conséquent ne peuvent être éliminées. Néanmoins, on peut les diminuer en effectuant plusieurs fois la même mesure et en prenant la moyenne. Par ailleurs, les erreurs systématiques sont des erreurs que nous pouvons éliminer, et ce en utilisant une méthode de calibration de l'appareil. Ces erreurs sont dues essentiellement aux trois sources suivantes [1, 5, 22,36] :

❖ Directivité imparfaite :

Dûe à la présence d'un signal résiduel qui se superpose au signal réfléchi par la charge, cette erreur est importante dans le cas où le coefficient de réflexion est faible, mais elle peut être négligée si le coefficient de réflexion à une valeur voisine de l'unité.

❖ Désadaptation des accès de mesure :

Elle est due aux réflexions résiduelles au niveau des connexions (toutes les discontinuités dans le système).

❖ **Variation en fréquence intrinsèque :**

Elle correspond à la variation des caractéristiques de la charge à tester qui sont supposées constantes à une fréquence donnée. Cette erreur est associée à la réponse des circuits micro-onde constituant l'analyseur de réseau.

Il y a d'autres sources qui peuvent être considérées comme sources d'erreurs [22]:

- Erreur sur l'épaisseur de l'échantillon.
- Impuretés dans la cellule de mesure, qui peuvent provenir des résidus d'anciens échantillons.

Afin de compenser ces erreurs systématiques, et améliorer en conséquence les mesures relatives aux charges inconnues, il faut passer par une étape importante qui nécessite l'utilisation des trois charges étalons : court-circuit, circuit ouvert et charge adaptée. C'est une étape préliminaire avant toute mesure, que l'on appelle **calibration**.

La théorie de la calibration de l'analyseur repose sur une méthode de correction vectorielle, dite "**méthode des trois points**". Dans cette méthode, l'analyseur réel est vu comme un analyseur idéal en cascade avec un quadripôle d'erreur (figIV.2).

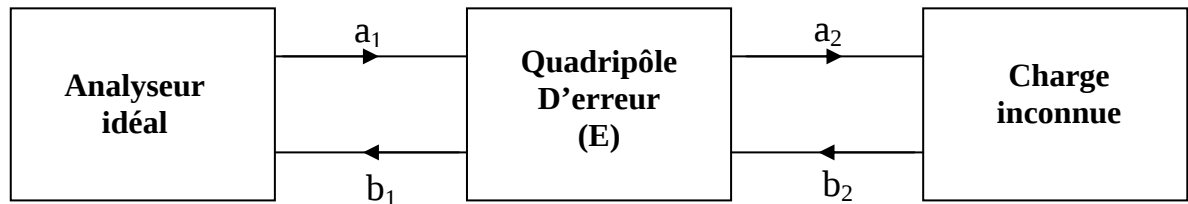


Fig IV.2 : Schéma équivalent de l'analyseur dans la méthode de correction

D'après la représentation ci-dessus, le coefficient de réflexion réel de la charge est :

$$\Gamma_r = \frac{b_2}{a_2} \quad (\text{IV.6})$$

Or, l'analyseur mesure :

$$\Gamma_m = \frac{b_1}{a_1} \quad (\text{IV.7})$$

Les signaux **b** sont liés aux signaux **a** par la relation linéaire suivante :

$$b_1 = E_{11} a_1 + E_{12} b_2 \quad (\text{IV.8a})$$

$$a_1 = E_{21} a_1 + E_{22} b_2 \quad (\text{IV.8b})$$

Compte-tenu des relations (IV.6), (IV.7) et (IV.8a et b), on peut exprimer le coefficient de réflexion réel en fonction du coefficient mesuré et vice-versa. On aboutit tout calcul fait aux relations suivantes :

$$\Gamma_r = \frac{\Gamma_m - K_1}{K_3 + K_2 (\Gamma_m - K_1)} \quad (\text{IV.9})$$

$$\Gamma_m = \frac{\Gamma_r (K_1 K_2 - K_3) - K_1}{K_2 \Gamma_r - 1} \quad (\text{IV.10})$$

Où : $K_1 = E_{11}$, $K_2 = E_{22}$ et $K_3 = E_{12}E_{21}$.

On peut déduire le coefficient de réflexion réel de la charge en fonction de celui mesuré par l'analyseur grâce à la relation (IV.9), à condition de connaître les facteurs de correction (K_1, K_2, K_3). Pour cela, on mesure les coefficients de réflexion des trois charges étalons, en commençant par le court-circuit, le circuit ouvert puis la charge adaptée. C'est cette opération qui constitue la procédure de calibration de l'analyseur. On suppose dans cette étape que les charges étalons sont idéales pour pouvoir calculer les facteurs (K_1, K_2, K_3) à chaque fréquence de mesure.

➤ **Calibration avec le court-circuit (0Ω) :**

Le coefficient de réflexion réel d'un court-circuit est : $(\Gamma_r)_{cc} = -1$. La relation (IV.10) devient :

$$(\Gamma_m)_{cc} = \frac{K_1 + (K_1 K_2 - K_3)}{1 + K_2} = K_1 - \frac{K_3}{1 + K_2} \quad (\text{IV.11})$$

➤ **Calibration avec circuit ouvert ($\infty\Omega$) :**

Le coefficient de réflexion réel d'un circuit ouvert est : $(\Gamma_r)_{co} = 1$. La relation (IV.10) devient :

$$(\Gamma_m)_{co} = \frac{(K_1 K_2 - K_3) - K_1}{K_2 - 1} = K_1 - \frac{K_3}{K_2 - 1} \quad (\text{IV.12})$$

➤ **Calibration avec charge adaptée (50Ω) :**

Le coefficient de réflexion réel d'une charge adaptée est : $(\Gamma_r)_{ca} = 0$. La relation (IV.13) devient :

$$(\Gamma_m)_{ca} = K_1 \quad (\text{IV.13})$$

On obtient ainsi un système de trois équations qui permet de déterminer les expressions des facteurs correctifs en fonction des coefficients mesurés des trois charges étalons. Ces expressions sont les suivantes :

$$K_1 = (\Gamma_m)_{ca} \quad (\text{IV.14})$$

$$K_2 = \frac{2(\Gamma_m)_{ca} - (\Gamma_m)_{cc} - (\Gamma_m)_{co}}{(\Gamma_m)_{cc} - (\Gamma_m)_{co}} \quad (\text{IV.15})$$

$$K_3 = [(\Gamma_m)_{ca} - (\Gamma_m)_{cc}] [1 + K_2] \quad (IV.16)$$

Ces facteurs de correction sont calculés puis gardés dans la mémoire de l'analyseur à la fin de la calibration. A chaque fois qu'on effectue des mesures sur des charges inconnues, l'analyseur mesure d'abord le coefficient de réflexion non corrigé Γ_m , l'injecte ensuite dans la relation (IV.9) avec les facteurs de correction préalablement mémorisés, et affiche finalement le coefficient corrigé Γ_r .

IV.3- LA CELLULE DE MESURE :

La cellule de mesure diélectrique utilisée dans ce travail est une ligne à air coaxiale, sans pertes, d'impédance caractéristique égale à 50Ω . Les éléments constitutifs de cette cellule sont illustrés dans la figure ci-dessous [25].

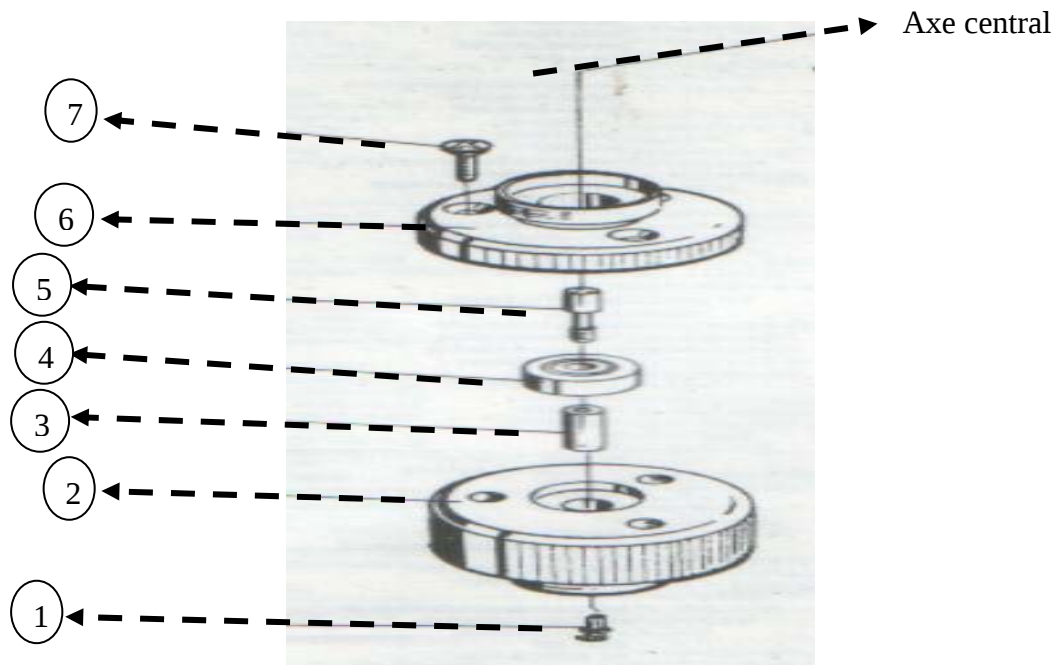


Fig. IV.3 : Cellule de mesure diélectrique

N°	HP Part N°	Description
1	1250-0907	Contact-Rf connector
2	16091-23021	Manche (SLEEVE 2)
3	16091-24020	Conducteur central (CENTRAL CONDUCTOR)
4	5040-0306	Matière isolante (INSULATOR)
5	1250-0816	Contact-Rf connector
6	16091-23022	Manche (SLEEVE 1)
7	0520-0163	Vis (SCREW)

Tableau (IV.1) : Parties identifiants la Cellule 16091A

Dans une ligne coaxiale, le conducteur extérieur sert de blindage pour le conducteur central, mais joue aussi le rôle de conducteur de retour. Le conducteur central est maintenu exactement dans l'axe du conducteur extérieur par deux manchons cylindriques de diélectrique près des extrémités de la cellule.

Notre cellule permet d'analyser des échantillons solides et liquides. Un échantillon doit occuper l'espace entre les deux conducteurs sur une longueur quelconque, ce qui lui impose d'avoir une forme toroïdale de diamètres intérieur et extérieur : $d = 3,1\text{mm}$ et $D = 7\text{mm}$, respectivement (Fig.IV.4). L'introduction dans la cellule de substances liquides ne pose pas de problème. D'abord, la ligne est maintenue verticalement, le liquide est ensuite introduit à l'aide d'une seringue de sorte qu'il repose sur le manchon servant de support au conducteur central. La longueur de la colonne liquide obtenue lorsque celle-ci atteint l'extrémité de la cellule est $H = 4,5\text{mm}$. Les matériaux solides doivent être usinés selon la même géométrie de la figure (IV.4).

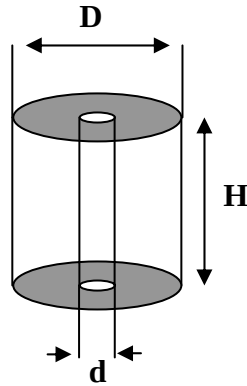


Fig.IV.4 : Géométrie des échantillons

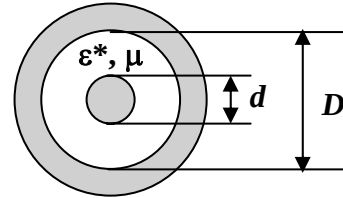


Fig.IV.5 : Coupe transversale d'une ligne coaxiale

La figure (IV.5) représente une coupe transversale d'une ligne coaxiale. On rappelle que l'impédance caractéristique de la ligne lorsqu'elle renferme un diélectrique est [16,23] :

$$Z_{Cd} = 138 \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon^*}} \log_{10} \left(\frac{D}{d} \right) \quad (\text{IV.17})$$

Où ε^* et μ sont la permittivité relative complexe et la perméabilité relative du diélectrique.

IV.4- MONTAGE EXPÉRIMENTAL & MODE OPÉRATOIRE :

Le mode opératoire passe par les étapes suivantes [1,22] :

La première étape est la calibration de l'analyseur. Cette étape doit être réalisée avant toute série de mesure pour diminuer au maximum les erreurs. Nous avons réalisé le montage schématisé sur la figure (IV.6), dans lequel l'une des extrémités de la ligne coaxiale vide est connectée au porte-échantillon de l'analyseur, et l'autre extrémité est fermée par l'une des trois charges étalons.

La séquence de calibration est entamée en plaçant d'abord la charge étalon correspondant à un court-circuit (impédance nulle), puis celle associée à un circuit ouvert (impédance infinie), et enfin la charge adaptée (impédance de 50Ω). Pour chacune de ces trois charges, l'analyseur mesure les parties réelles et imaginaires du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence, Ces données sont ensuite utilisées pour calculer les facteurs correctifs (voir paragraphe IV.1.3) puis stockées dans sa mémoire.

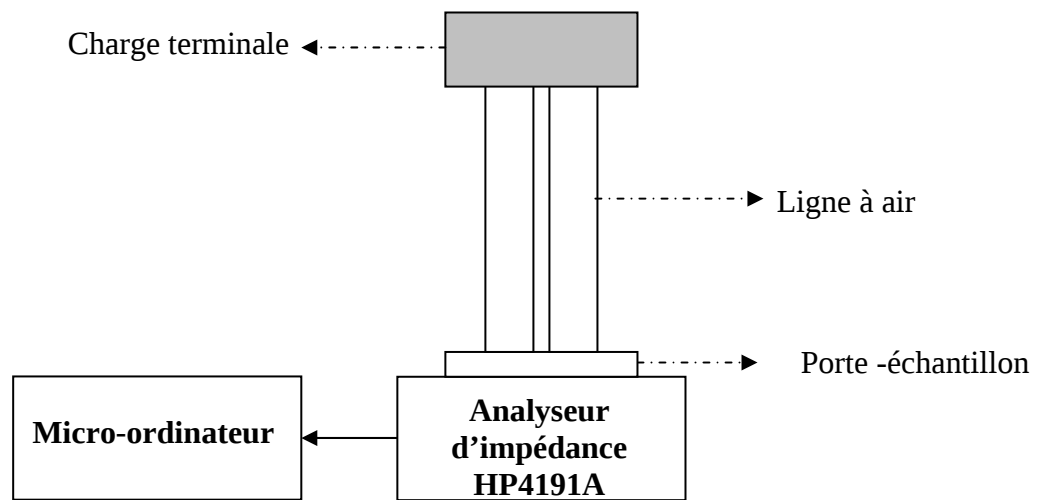


Fig IV.6 : Schéma du montage expérimental pour la « calibration »

La deuxième étape est la mesure sur la ligne contenant l'échantillon. Le montage pour les mesures diélectriques est illustré sur la figure (IV.7). Nous avons commencé d'abord par mesurer le coefficient de réflexion sans échantillon (à vide). Nous sommes passés ensuite aux mesures sur des matériaux de permittivité connue, tels que, l'eau de robinet, l'eau distillée et plusieurs alcools. Cette pré-étape est nécessaire car elle permet de vérifier si les conditions expérimentales sont réunies, avant d'entamer les mesures sur des matériaux de permittivité inconnue.

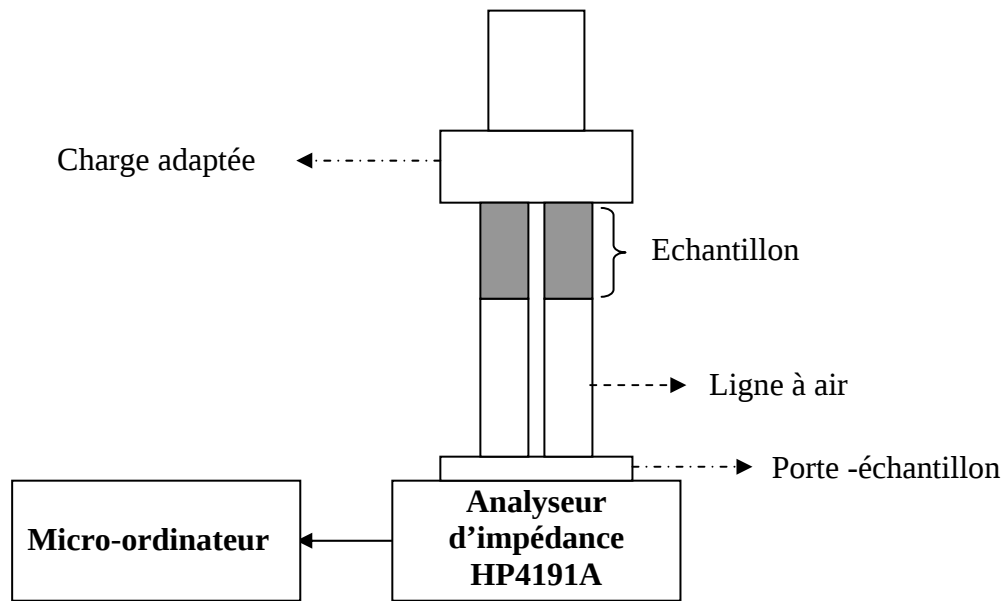


Fig. IV.7 : Schéma du dispositif expérimental pour mesures des échantillons

La mesure effectuée par l'appareil est faite au niveau du plan de calibration. Pour ramener le plan de mesure à une distance donnée par rapport au plan de calibration, il faut introduire la valeur de cette distance (Fig.IV.8).

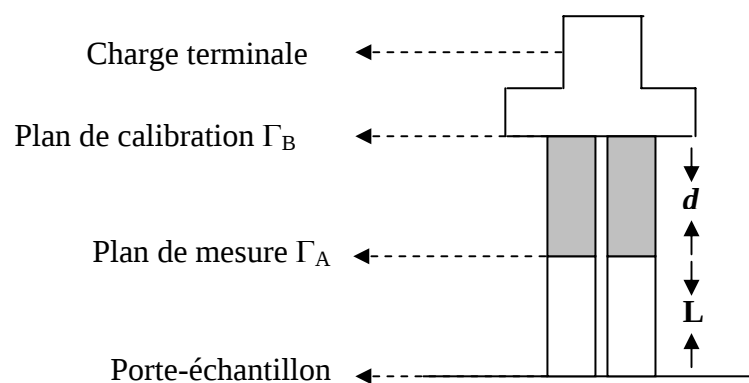


Fig. IV.8 : Déplacement du plan de mesure à une distance d du Plan de calibration

L : la longueur de la ligne de propagation entre le porte-échantillon et le point de contact de l'échantillon.

Le coefficient de réflexion à une distance " d " à partir de plan de calibration est tel que:

$$\Gamma_A = \Gamma_B \exp(-2j \frac{\omega}{c} d) \quad (\text{IV.18})$$

Γ_B : coefficient de réflexion au niveau du plan de calibration.

Le coefficient de réflexion au niveau du plan de mesure est :

$$\Gamma_A = \frac{Z_A - Z_C}{Z_A + Z_C} \quad (\text{IV.19})$$

L'admittance à la face d'entrée de l'échantillon est définie par :

$$Y_A = \frac{1}{Z_A} = \frac{1}{Z_C} \frac{1 - \Gamma_A}{1 + \Gamma_A} \quad (\text{IV.20})$$

D'où l'admittance relative est :

$$Y_A = \frac{Z_C}{Z_A} = \frac{1 - \Gamma_A}{1 + \Gamma_A} \quad (\text{IV.21})$$

En ce qui nous concerne, la technique que nous avons utilisée elle basée sur la configuration de la ligne adaptée car elle assure de meilleurs résultats de mesures que les autres méthodes (chapitre II, paragraphe (II.5)). En remplaçant alors (II.47) dans (IV.21), on trouve :

$$Y = \sqrt{\varepsilon^*} \frac{1 + \sqrt{\varepsilon^*} \operatorname{th} \left[j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\varepsilon^*} \right]}{\sqrt{\varepsilon^*} + \operatorname{th} \left[j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\varepsilon^*} \right]} \quad (\text{IV.22})$$

IV.5- MÉTHODE DE CALCUL DE LA CONDUCTIVITÉ :

Si le matériau diélectrique présente une certaine conductivité, on peut montrer que sa permittivité relative complexe devient fonction de la conductivité, et est donnée par (voir chapitre I°):

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j \left(\varepsilon_D'' + \frac{\sigma}{\varepsilon_0 \omega} \right) \quad (\text{IV.23})$$

Où ε' est le terme de dispersion, ε_D'' est le facteur de pertes diélectriques, $\sigma/\varepsilon_0\omega$ est le facteur de pertes associé à la conductivité statique σ .

En basses fréquences, le terme ε' tend vers sa valeur statique ε_s et le terme ε_D'' tend vers zéro ; les pertes peuvent s'écrire :

$$\varepsilon'' (\omega \rightarrow 0) = \frac{\sigma}{\varepsilon_0 \omega} \quad (\text{IV.24})$$

CHAPITRE V

RÉSULTATS ET ESSAIS D'INTERPRÉTATION

CHAPITRE V

Résultats et essais d'interprétation

V.1-INTRODUCTION :

Nous présentons les résultats de notre étude expérimentale concernant la détermination du coefficient de réflexion et de la permittivité relative complexe des échantillons étudiés.

Dans une première étape, les résultats de mesure sont obtenus avec la cellule vide, puis nous passons aux résultats concernant les mesures sur les échantillons étalons que nous avons choisis volontairement et qui sont :

- le téflon, échantillon solide à faible permittivité et sans pertes.
- l'éthanol ; et le butanol, liquides à moyenne permittivité présentant un spectre de relaxation de type "Debye".
- l'eau distillée et l'eau de robinet, liquides à forte permittivité présentant également un spectre de relaxation de type "Debye", le premier sans conductivité et le seconde avec conductivité.

Dans la seconde étape, nous analysons les échantillons de différents produits utilisés en dentisterie. Ces échantillons sont préparés et introduits de façon précise dans la cellule de mesure.

V.2-CALIBRATION DE L'ANALYSEUR D'IMPÉDANCE :

Nous rappelons que l'analyseur d'impédance HP1491A fonctionne sur une gamme de fréquences allant de 10Mhz jusqu'à 1000Mhz; il est piloté par un micro-ordinateur et toutes les mesures effectuées sont gérées automatiquement par un systèmes d'exploitation (MS-DOS) développé au sein de notre laboratoire [5].

Les variations des coefficients de réflexion (parties réelle et imaginaire) sont introduites dans un autre programme informatique en utilisant le logiciel Mathematica pour l'analyse et l'exploitation des résultats.

Avant d'entamer les mesures sur les échantillons à tests, nous avons procédé à la calibration de l'analyseur; opération indispensable qui consiste à utiliser les trois charges d'étalons selon la technique dite "**trois points**" en considérant dans l'ordre :

- le court-circuit (0Ω).
- le circuit ouvert ($\infty\Omega$).
- la charge adaptée (50Ω).

L'analyseur garde en mémoire ces données (coefficient de réflexion correspondants à ces trois charges), pour les utiliser ensuite dans les corrections automatiques des mesures relatives aux produits considérés.

V.3-MESURES SUR LES ÉCHANTILLONS ÉTALONS:

Les matériaux de paramètres diélectriques connus sont analysés pour servir d'échantillons étalons; ce type de mesures a permis de vérifier la validité de la méthode proposée.

V.3.1-MESURE A VIDE :

La mesure avec cellule vide est nécessaire pour un premier contrôle du coefficient de réflexion expérimental. Nous avons obtenu dans ce cas, une valeur légèrement fluctuante contrairement à la valeur théorique qui est égale à zéro, d'où l'intérêt de cette étape en vue de normaliser par substitution les mesures effectuées sur les échantillons.

Les variations en fonction de la fréquence des parties réelle et imaginaire du coefficient de réflexion, sont portées sur les figures (V.1) et (V.2). Les parties réelle et imaginaire de la permittivité de l'air sont illustrées sur la figure (V.3).

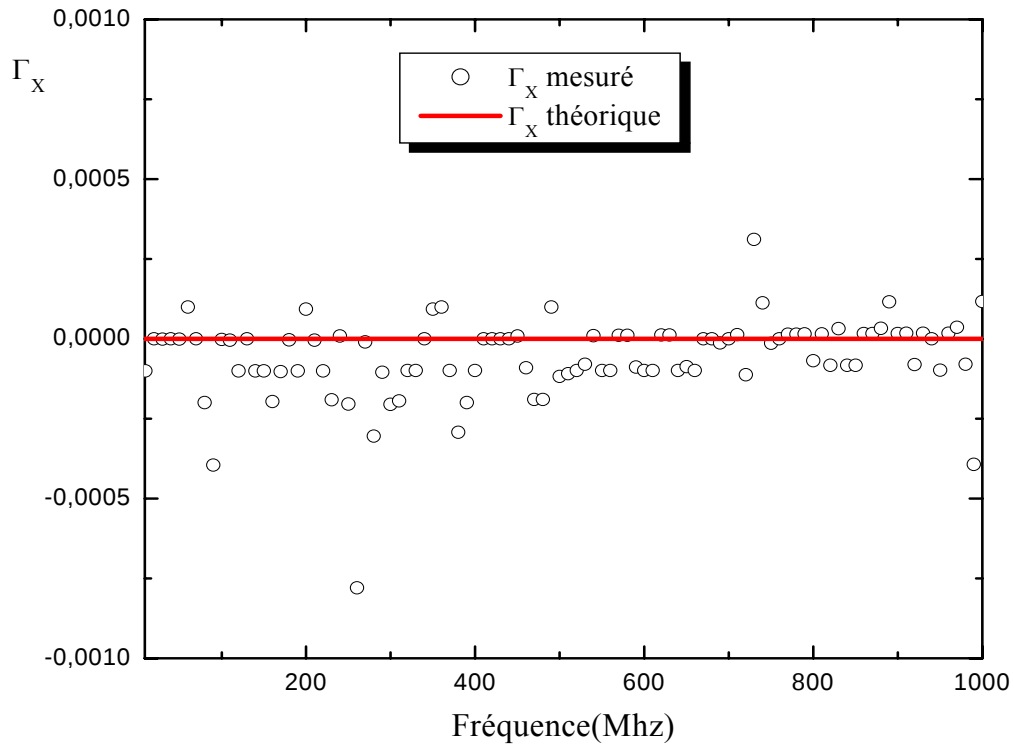


Fig.V.1 : Évolution de la partie réelle du coefficient de réflexion de la charge adaptée avec cellule vide en fonction de la fréquence

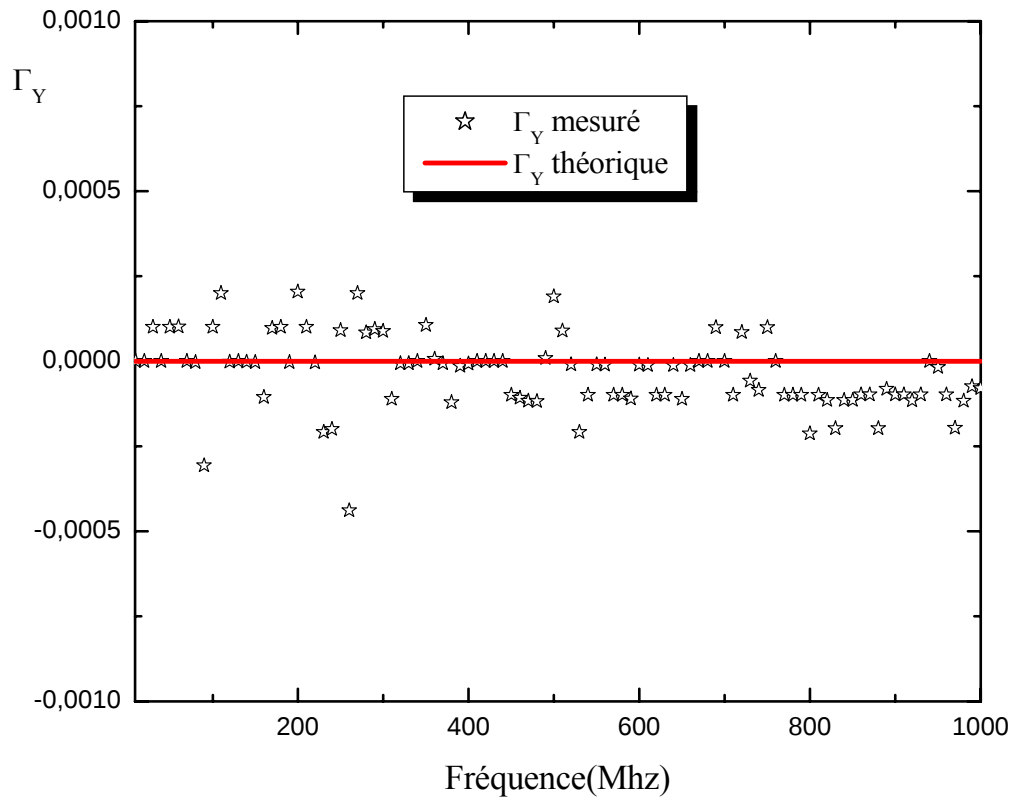


Fig.V.2 : Évolution de la partie imaginaire du coefficient de réflexion de la charge adaptée avec cellule vide en fonction de la fréquence

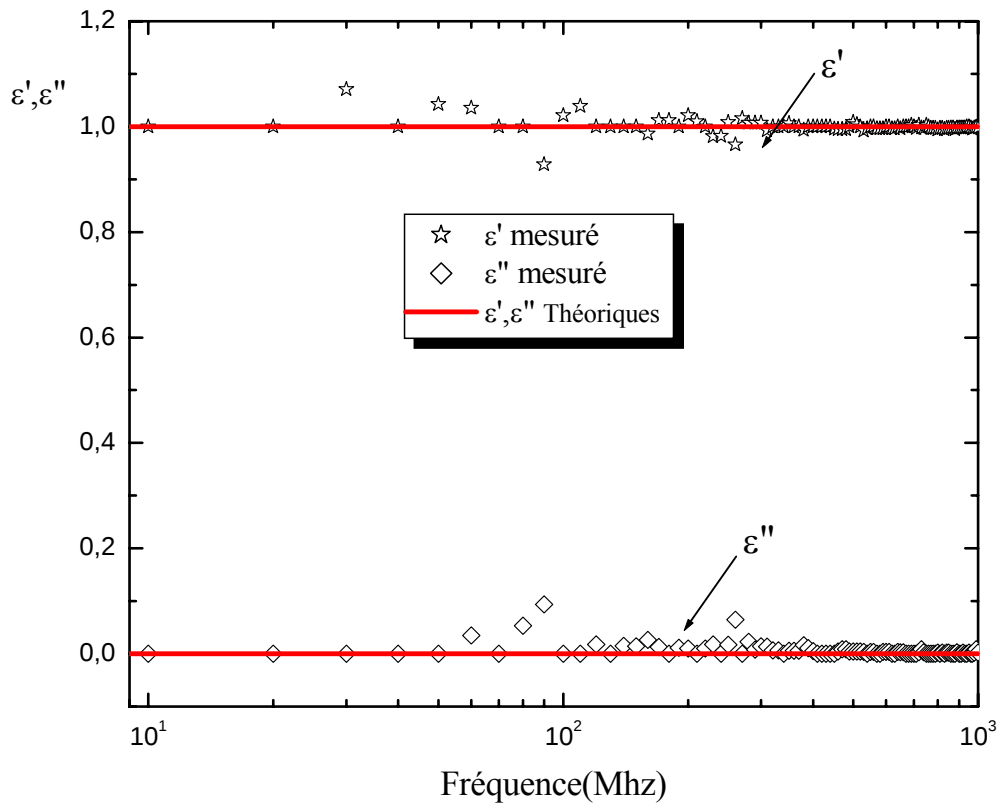


Fig.V.3 : Évolution des parties réelle et imaginaire de la permittivité de l'air en fonction de la fréquence

V.3.2-ESSAI SUR UN ÉCHANTILLON A FAIBLE PERMITTIVITÉ:

Le téflon est un matériau solide dont l'appellation scientifique est «Polytétrafluoroéthylène (P.T.F.E)». C'est un diélectrique qui ne relaxe pas ; nous rappelons que le téflon possède un spectre de dispersion plat ($\epsilon' \approx 2$) et ne présente pratiquement pas de pertes diélectriques ($\epsilon'' \approx 0$). Nous avons reporté sur la figure (V.4) les variations en fonction de la fréquence des parties réelle et imaginaire de la permittivité relative complexe du téflon comparées avec celles trouvées dans la littérature.

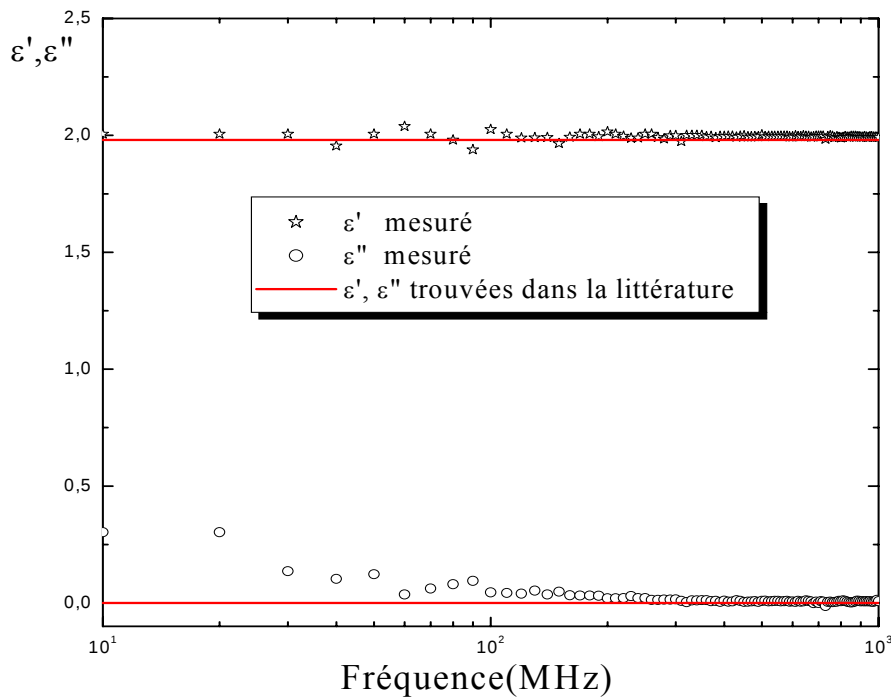


Fig.V.4 : Évolution des parties réelle et imaginaire de la permittivité du Téflon en fonction de la fréquence

Ces mesures montrent des valeurs de ε'' non strictement nulles à basse fréquence ; cela peut-être dû à la présence d'impuretés emprisonnées dans la cellule elle-même ou au mauvais contact de l'échantillon avec la charge adaptée ou plus simplement aux erreurs expérimentales.

V.3.3-ESSAI SUR UN ÉCHANTILLON A MOYENNE PERMITTIVITÉ :

Nous avons choisi des échantillons appartenant à la famille des alcools primaires, de formule générale R-OH, dans laquelle le radical R est de la forme C_nH_{2n+1} . Il s'agit de l'Ethanol (C_2H_5OH) et du Butanol (C_4H_9OH).

Les variations en fonction de la fréquence des parties réelle et imaginaire de la permittivité relative complexe comparées avec celles trouvées dans la littérature sont reportées sur les figures (V.5) et (V.6).

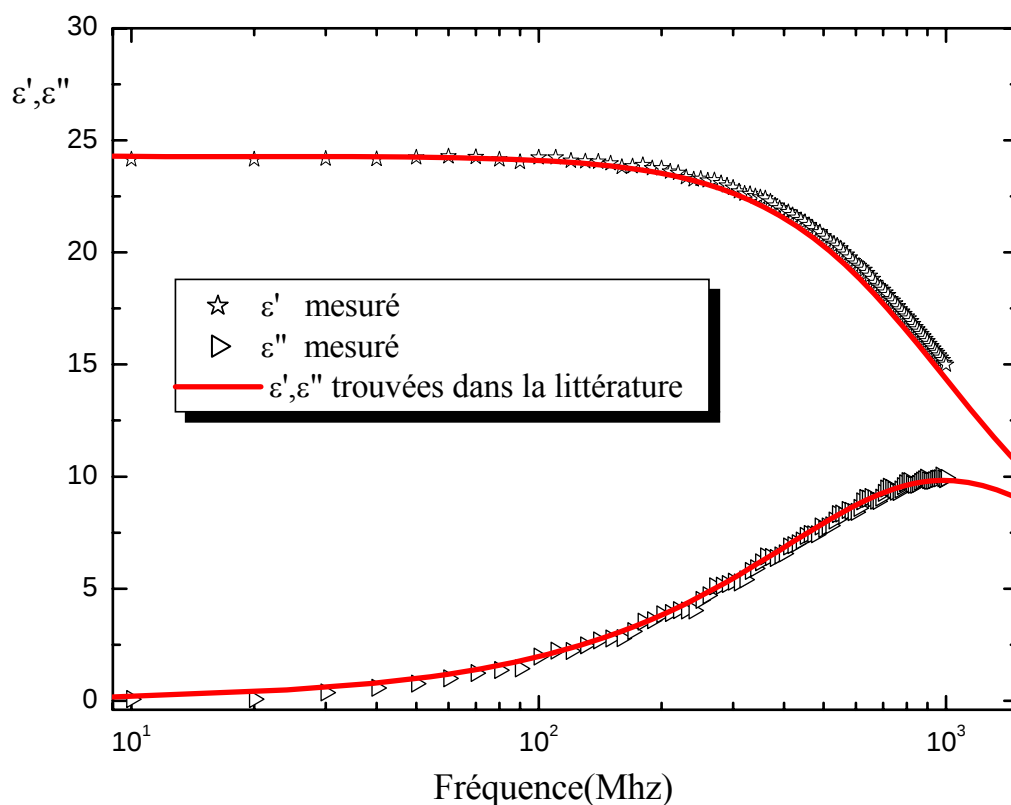


Fig.V.5 : Évolution des parties réelle et imaginaire de la permittivité relative complexe de l'Éthanol en fonction de la fréquence

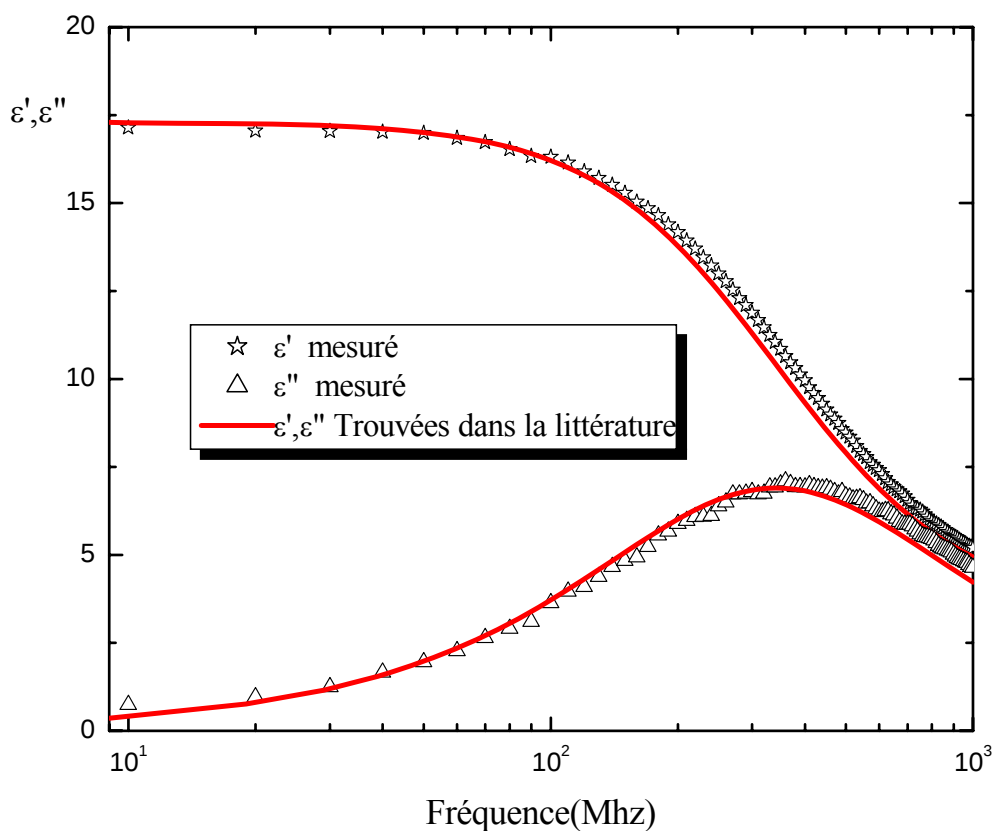


Fig.V.6 : Évolution des parties réelle et imaginaire de la permittivité relative complexe du Butanol en fonction de la fréquence

V.3.4-ESSAI SUR UN ÉCHANTILLON A FORTE PERMITTIVITÉ :

L'eau est un liquide polaire caractérisé par une zone de relaxation de type "Debye". C'est pour cela que nous avons choisi l'eau de robinet, c'est également à cause de sa conductivité relativement importante de l'ordre 0.127 S/m . Les variations en fonction de la fréquence des parties réelle et imaginaire de la permittivité relative complexe de l'eau de robinet comparées à celles trouvées dans la littérature sont représentées sur les figures (V.7) et (V.8).

L'eau distillée pure, ne présente pas de conductivité. La figure (V.9) reporte l'évolution en fonction de la fréquence des parties réelle et imaginaire de la permittivité relative complexe de l'eau distillée comparées à celles trouvées dans la littérature.

L'eau a une permittivité statique de l'ordre 80 et une fréquence de relaxation voisine de 17 GHz, cette valeur est au delà de notre fréquence limite de mesure qui est de 1GHz.

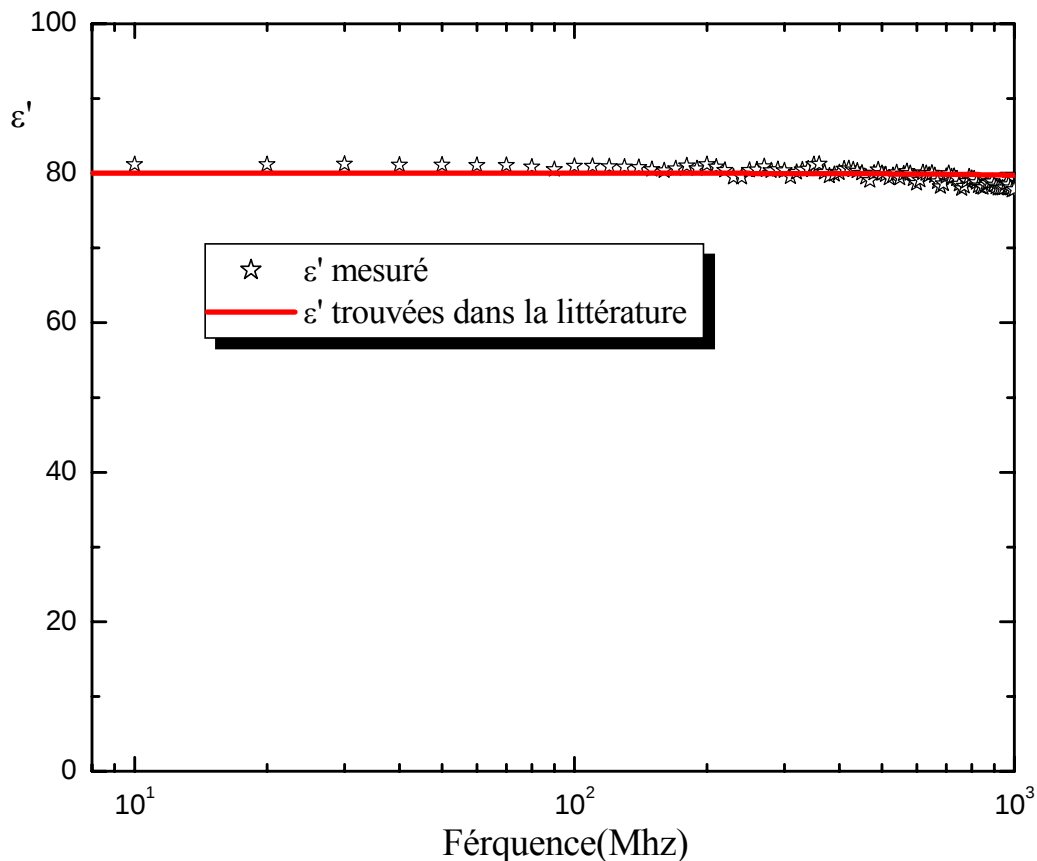


Fig.V.7 : Évolution de la partie réelle de la permittivité de l'eau de robinet en fonction de la fréquence

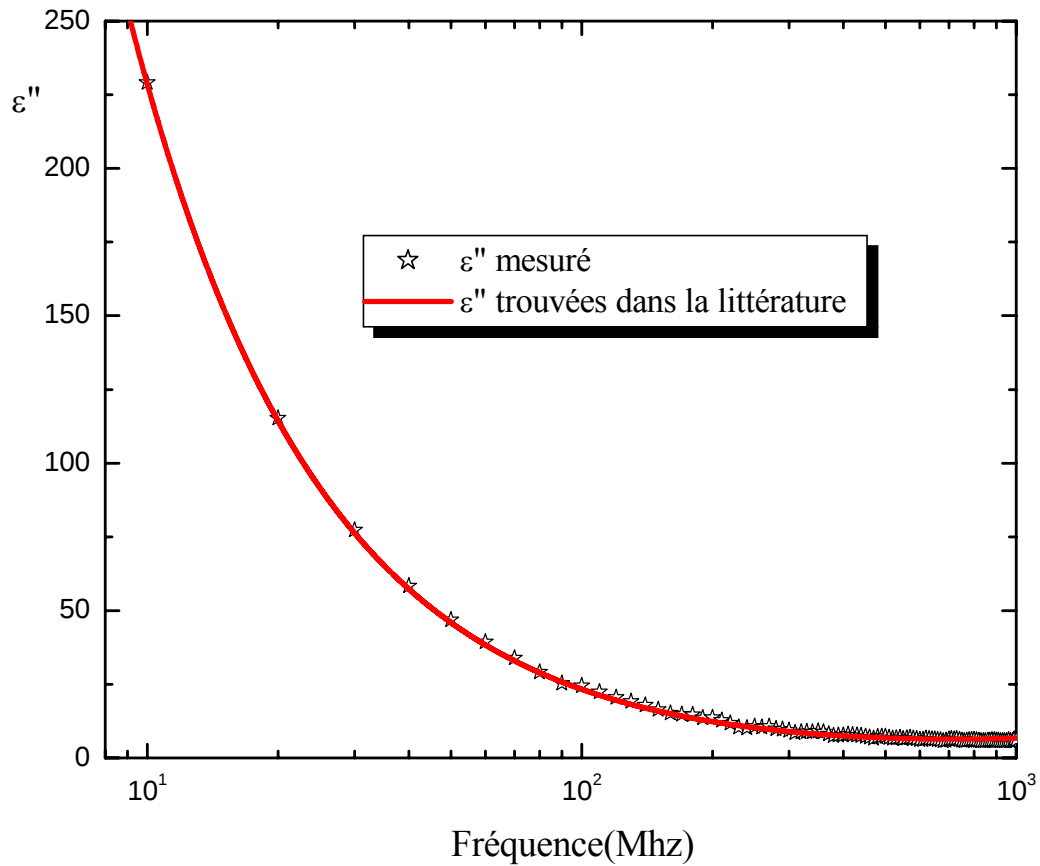


Fig.V.8 : Évolution de la partie imaginaire de la permittivité de l'eau de robinet en fonction de la fréquence

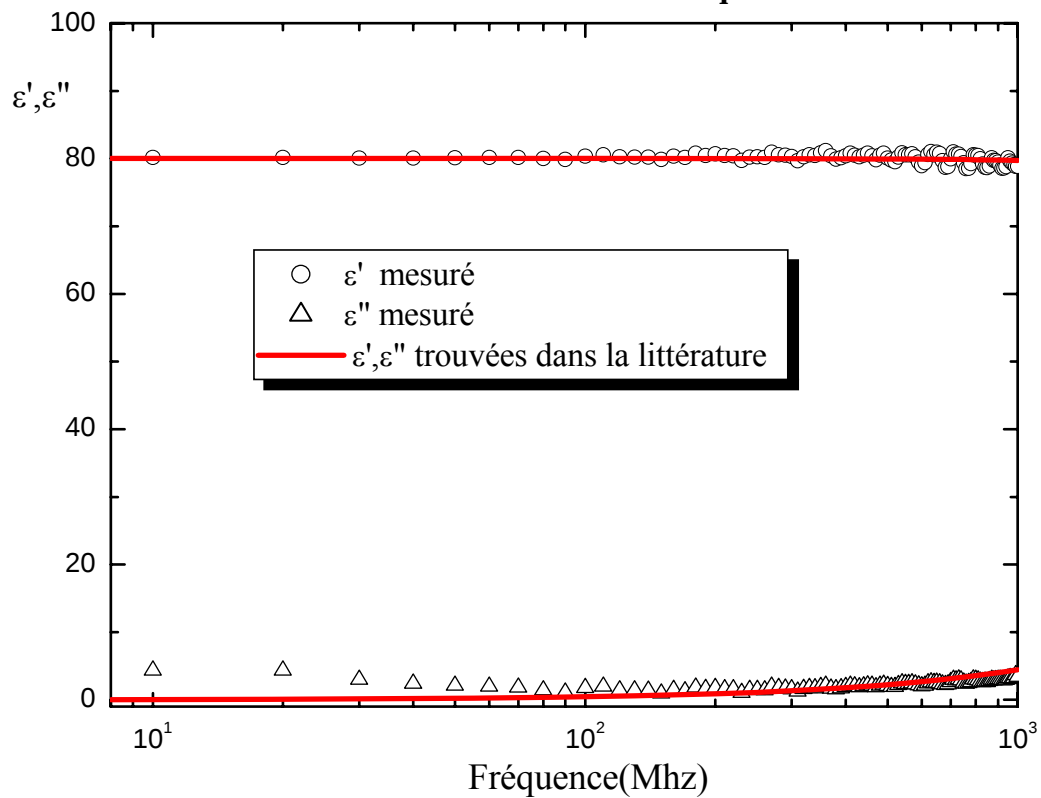


Fig.V.9 : Évolution des parties réelle et imaginaire de la permittivité de l'eau distillée en fonction de la fréquence

Le tableau (V.1) présente quelques valeurs trouvées dans la littérature et les valeurs mesurées concernant les paramètres diélectriques des échantillons étalons. Nous avons noté un bon accord entre nos résultats et ceux de la littérature.

Echantillon	température	ε_s	$f_r(\text{Mhz})$	Réf
Téflon	Ambiante	2	-	[10]
	Ambiante	2.03	-	Nos mesures
Butanol	Ambiante	17.3	326 à 355	[40]
	Ambiante	17.14	359	Nos mesures
L'éthanol	Ambiante	24.3	-	[27]
	Ambiante	24.6	987	Nos mesures
Eau distillée	Ambiante	80.4	17000	[40]
	Ambiante	80.15	-	Nos mesures
Eau de robinet	Ambiante	80	17000	[10]
	Ambiante	80.17	-	Nos mesures

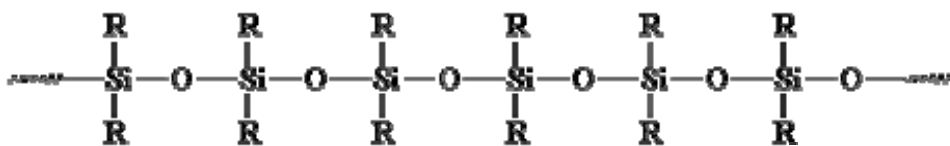
Tableau V.1 : permittivité diélectrique des échantillons étalons.

Les résultats obtenus sur matériaux de permittivité diélectrique connus sont d'une bonne qualité, témoignent de la fiabilité de notre appareillage.

V.4-DESCRIPTION GÉNÉRALE DES ÉCHANTILLONS :

Un matériau macromoléculaire ou polymère est constitué de longues chaînes où les unités de répétition sont toutes les même ou de nature différente. Les matériaux polymères dont la chaîne principale est faite essentiellement d'atomes de carbone, sont les "polymères organiques", les quelques polymères qui n'ont pas d'atomes de carbone dans leur chaîne principale, sont les "polymères inorganiques" [42].

Les polysiloxanes sont des polymères inorganiques les plus communs, leur formule chimique est représentée ci dessous :



"Polysiloxanes" est le nom scientifique des silicones, composés d'atomes de silicium et d'oxygène, constitué des chaînes Si-O et comportant des radicaux organiques. La liaison entre silicium et l'oxygène est très forte

Les polysiloxanes sont très utilisée dans le domaine biomédical : lubrification des seringues, remplissage de prothèses, etc.

On a choisi trois échantillons utilisés comme matériaux pour empreintes dentaires.

- Premier échantillon: pâte pour la première empreinte.
- Deuxième échantillon : durcisseur pour empreintes.
- Troisième échantillon : résine, silicone par condensation pour empreintes de grande précision.

Remarque : toutes nos mesures ont été réalisées à la température ambiante entre 20°C et 25°C.

Nous avons effectué une analyse par diffractométrie X'Pert Pro au niveau de centre de chercheur (CRD au Boumerdes), pour connaître la constitution du tell matériaux. Les diffractogrammes obtenus concernant les échantillons étudiés sont représentés sur les figures (V.10), (V.11) et (V.12).

On observe que les pics obtenus par les spectres rayons X concernant le durcisseur et la pâte verte ne son pas identifiés ; par contre, pour la résine jaune le spectre a montré la présence de silicium et d'oxygène (Quartz SiO_2).

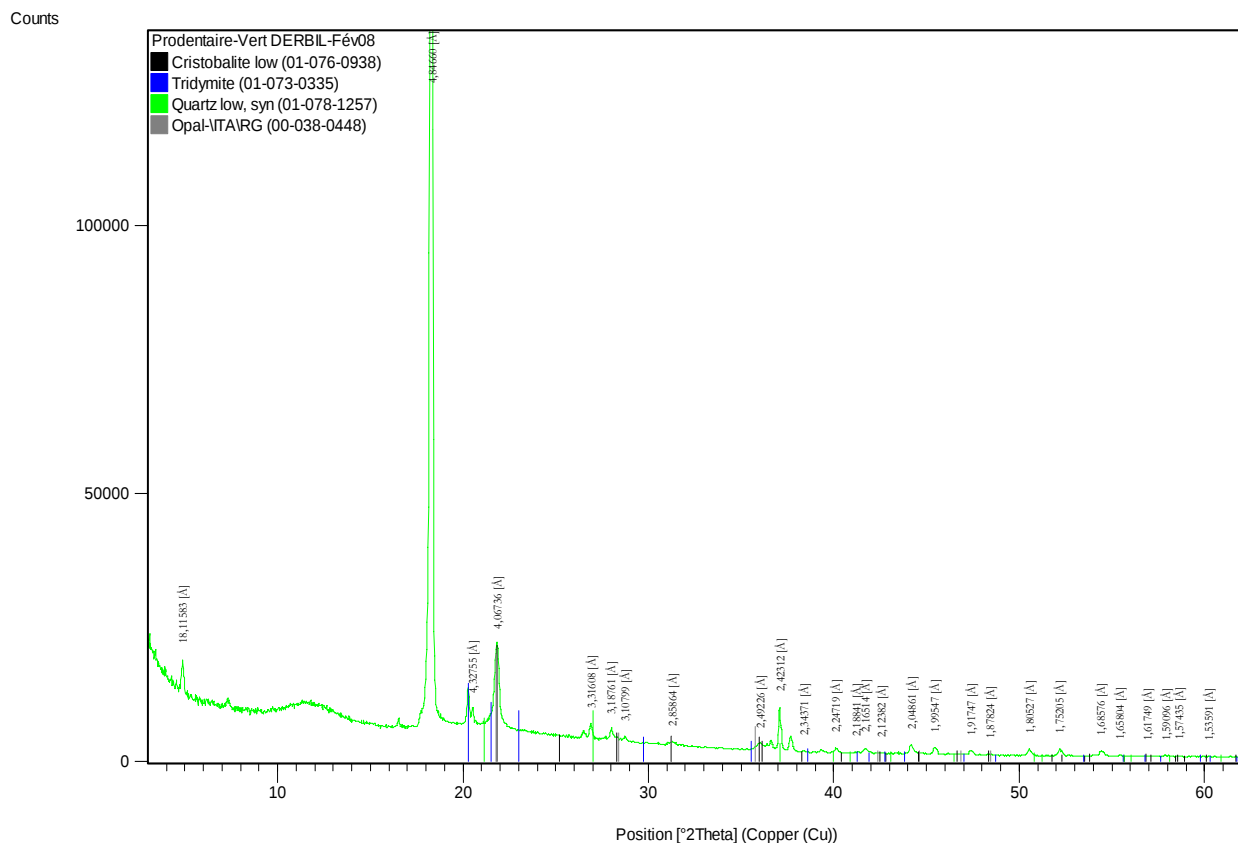


Fig.V.10: Diffractogramme obtenu pour la pâte verte

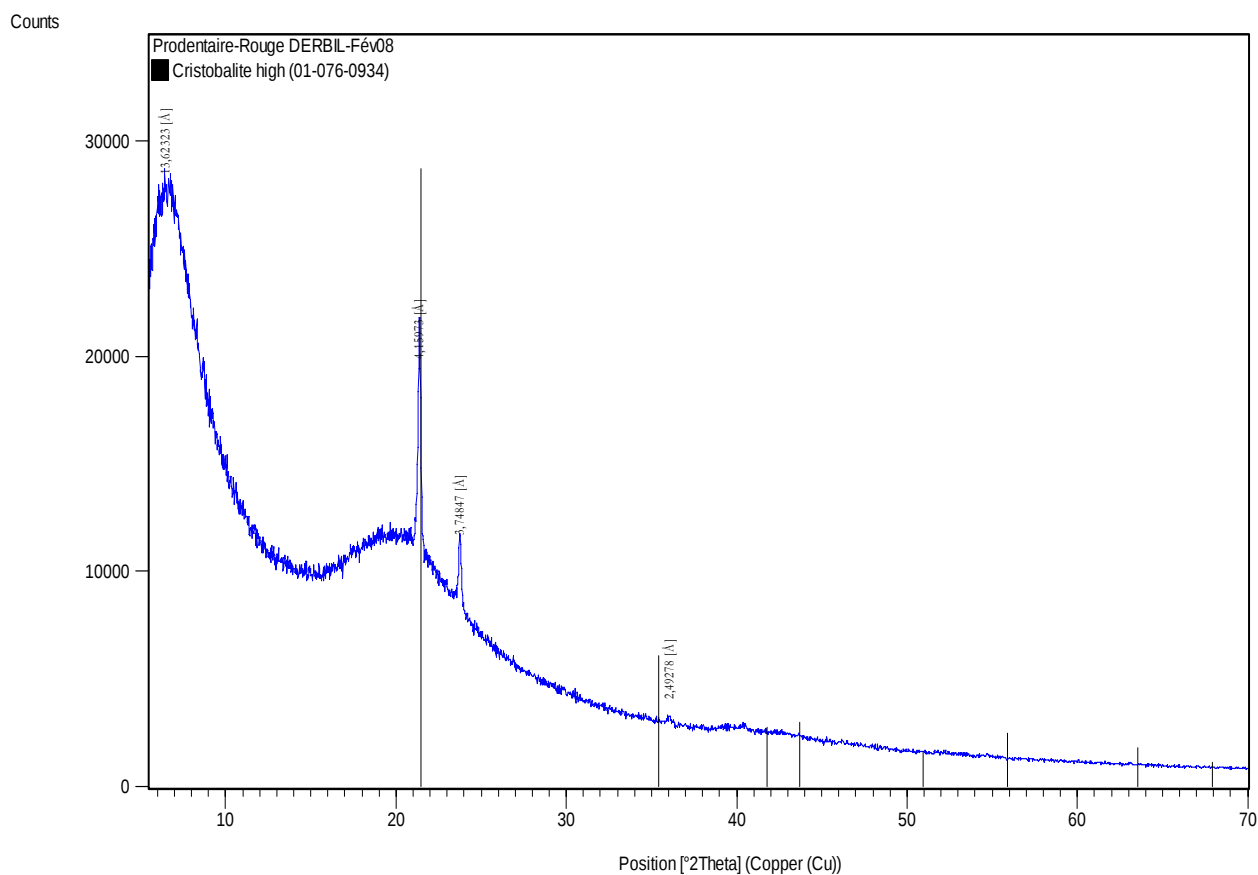


Fig.V.11 : Diffractogramme obtenu pour le durcisseur

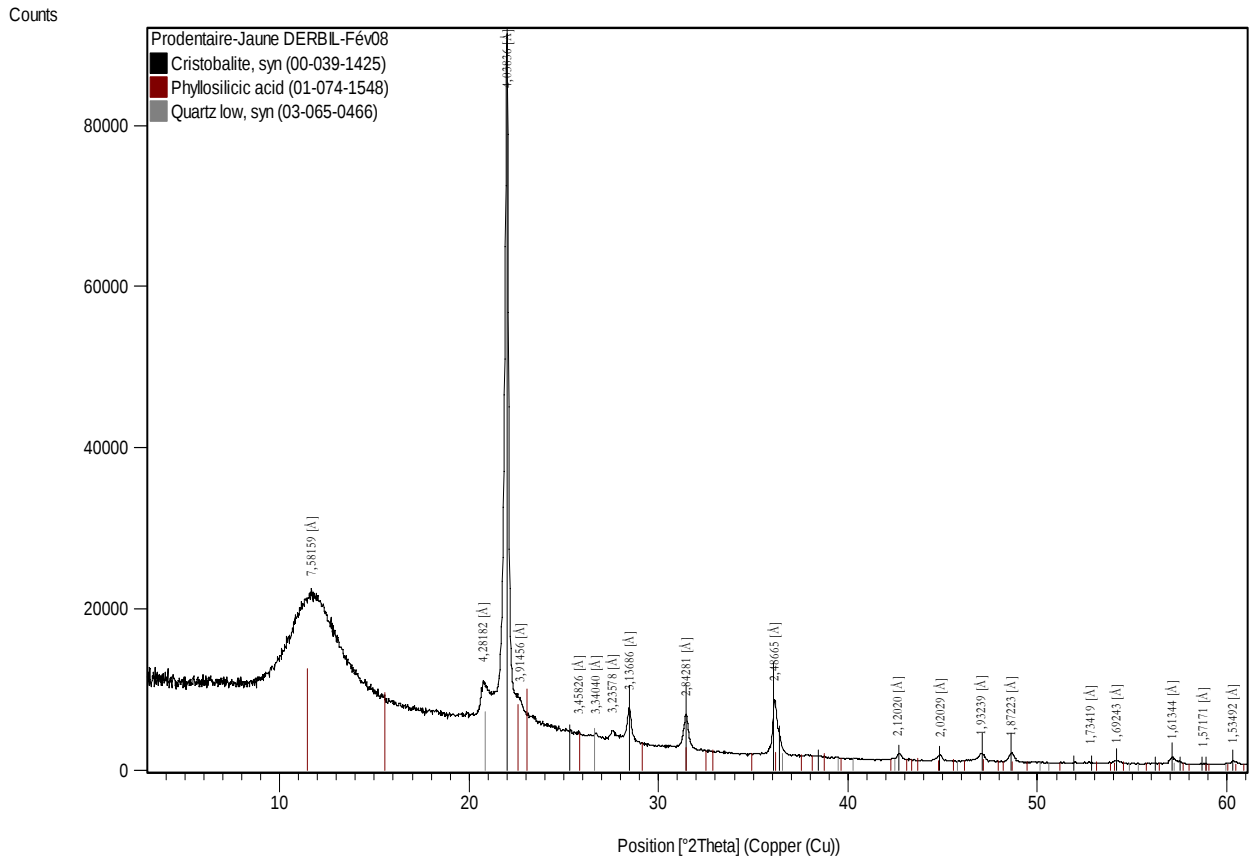


Fig.V.12 : Diffractogramme obtenu pour la résine jaune

V.5- RÉSULTATS ET ESSAIS D'INTERPRÉTATION :

V.5.1- RÉSULTATS OBTENUS SUR LES MATÉRIAUX SAINS (PURS) :

Dans la première étape, nous avons essayé de caractériser les échantillons purs, en nous intéressant à l'évolution de la permittivité complexe des parties réelle et imaginaire en fonction de la fréquence.

a- coefficient de réflexion :

Nous avons préparé les différents échantillons qui correspondent de façon précise aux dimensions de la cellule de mesure.

Nous avons commencé par la mesure du coefficient de réflexion sur la gamme de fréquence 10MHz à 1000MHz qui est par la suite utilisée pour déterminer les parties réelle et imaginaire de la permittivité. Les résultats de ces mesures sont reportés dans les figures (V.13) et (V.14).

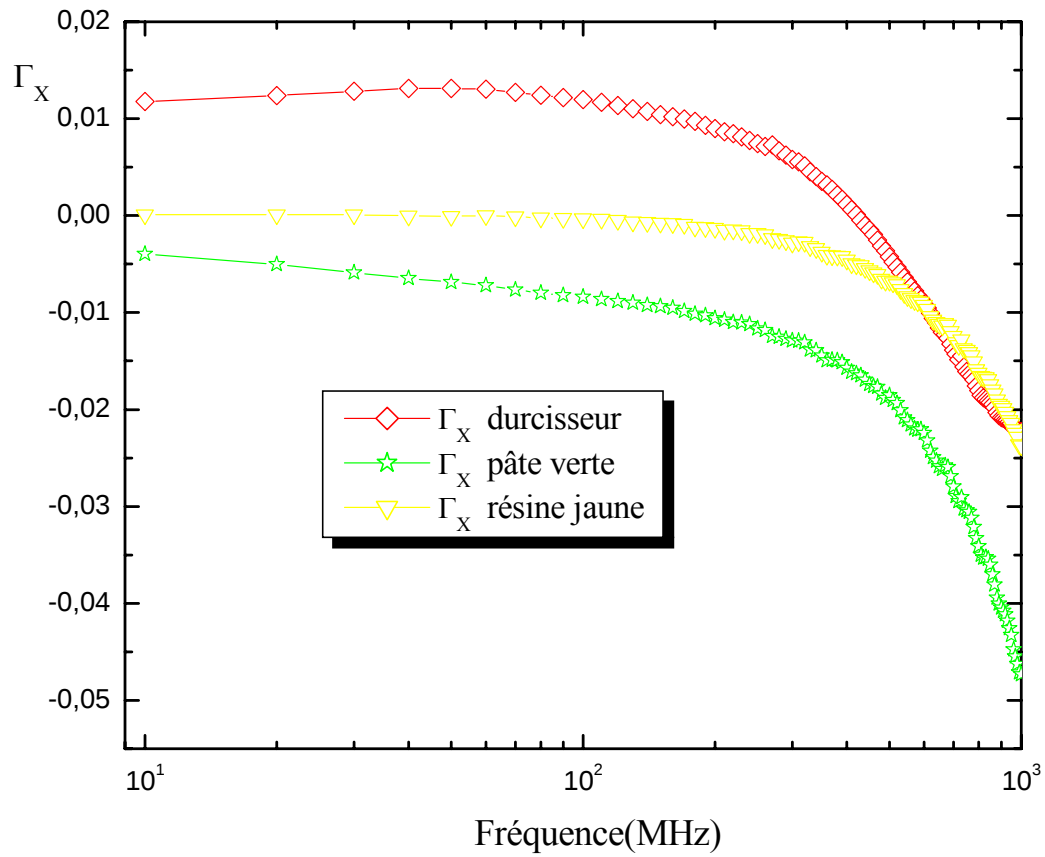


Fig.V.13 : Évolution de la partie réelle du coefficient de réflexion des échantillons en fonction de la fréquence

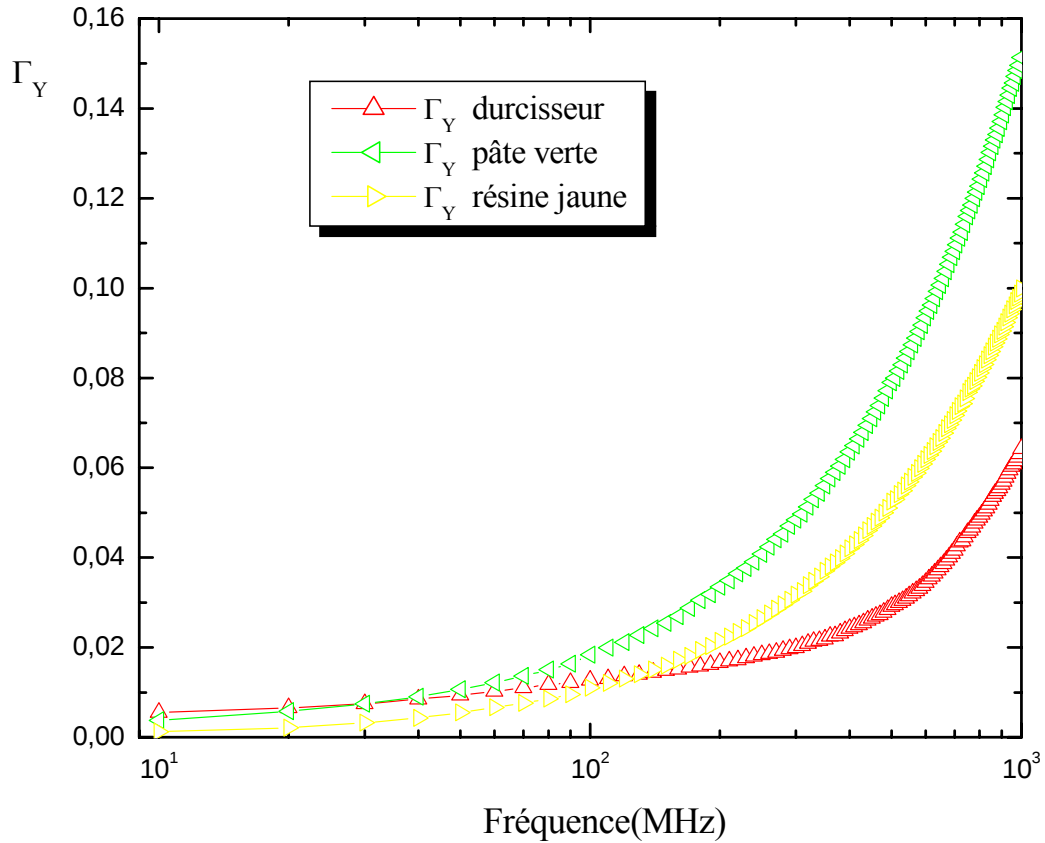


Fig.V.14 : Évolution de la partie imaginaire du coefficient de réflexion des échantillons en fonction de la fréquence

b- permittivité relative complexe :

Nous présentons sur les figures (V.15) et (V.16) les résultats obtenus en fonction de la fréquence des parties réelles et imaginaires, de la permittivité relative complexe pour les trois échantillons.

On observe que les variations des parties réelle et imaginaire de la permittivité relative du durcisseur et de la pâte verte diminuent quand la fréquence augmente (figure (V.15)). La permittivité réelle du durcisseur (deuxième échantillon) présente des valeurs plus élevées par rapport à la pâte verte (premier échantillon), donc le durcisseur est plus polaire que la pâte. Par contre la partie réelle de la résine jaune (troisième échantillon) est constante quelque soit la fréquence.

Le facteur de perte du durcisseur (deuxième échantillon) présente des valeurs beaucoup plus élevées en basses fréquences par rapport à la pâte verte (premier échantillon) (figure V.16), ces valeurs correspondent à la présence d'une conductivité qui apparaît lorsque la fréquence diminue à partir de 500Mhz jusqu'à 10Mhz ; au delà de 500Mhz le facteur de perte correspond à l'effet d'absorption, d'autre part le facteur de perte de la résine jaune est pratiquement nul, d'où l'on peut conclure qu'elle-ci se comporte comme un diélectrique qui ne relaxe pas.

D'après les résultats obtenus (le durcisseur et la pâte), les dipôles n'arrivent plus à suivre le changement d'orientation du champ ce qui entraîne que la polarisation induit se manifeste seul.

Pour compléter nos mesures, nous avons appliqué la formule de COLE et COLE (chapitre I, relation (I.56)), en jouant sur les paramètres diélectriques ($\varepsilon_s, f_r, \alpha$).

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (j \frac{f}{f_r})^\alpha} - j \left(\frac{\sigma}{\varepsilon_0 2\pi f} \right) \quad (V.1)$$

$\left(\frac{\sigma}{\varepsilon_0 2\pi f} \right)$ terme associé à la conductivité.

Les résultats obtenus concernant les variations des parties réelle et imaginaire de la permittivité de nos échantillons comparés à ceux trouvés à partir de la formule de COLE et COLE sont illustrés sur les figures (V.17), (V.18), (V.19), et (V.20).

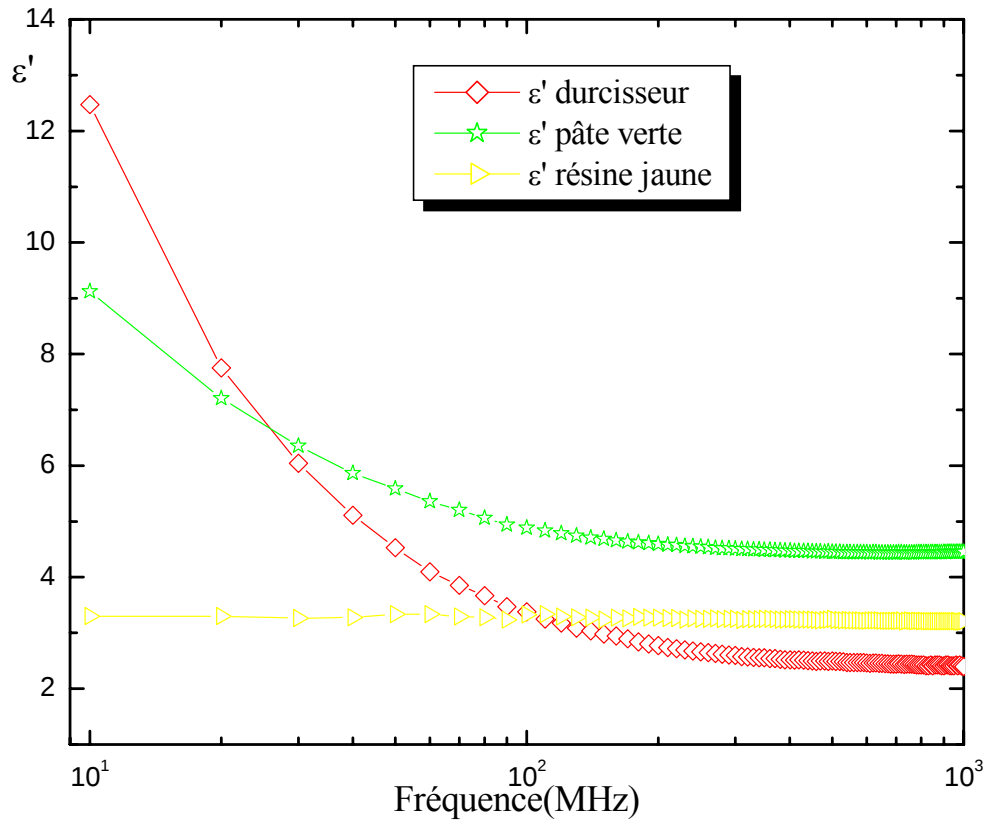


Fig.V.15 : Évolution de la partie réelle de la permittivité des échantillons en fonction de la fréquence

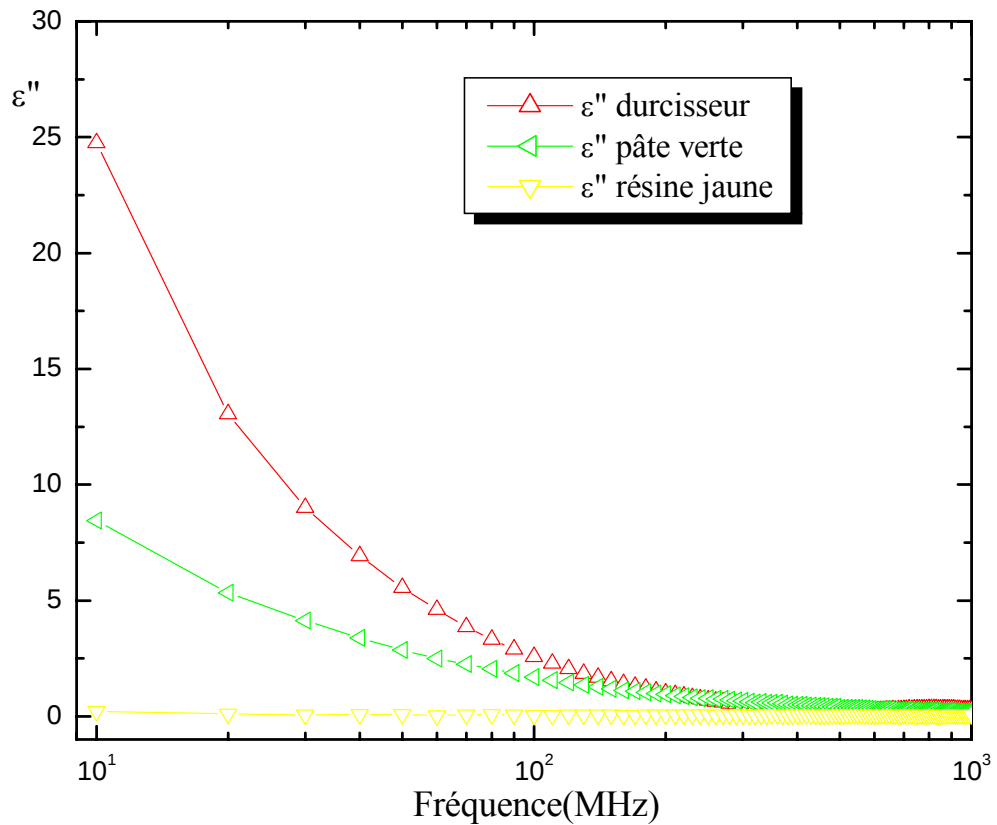
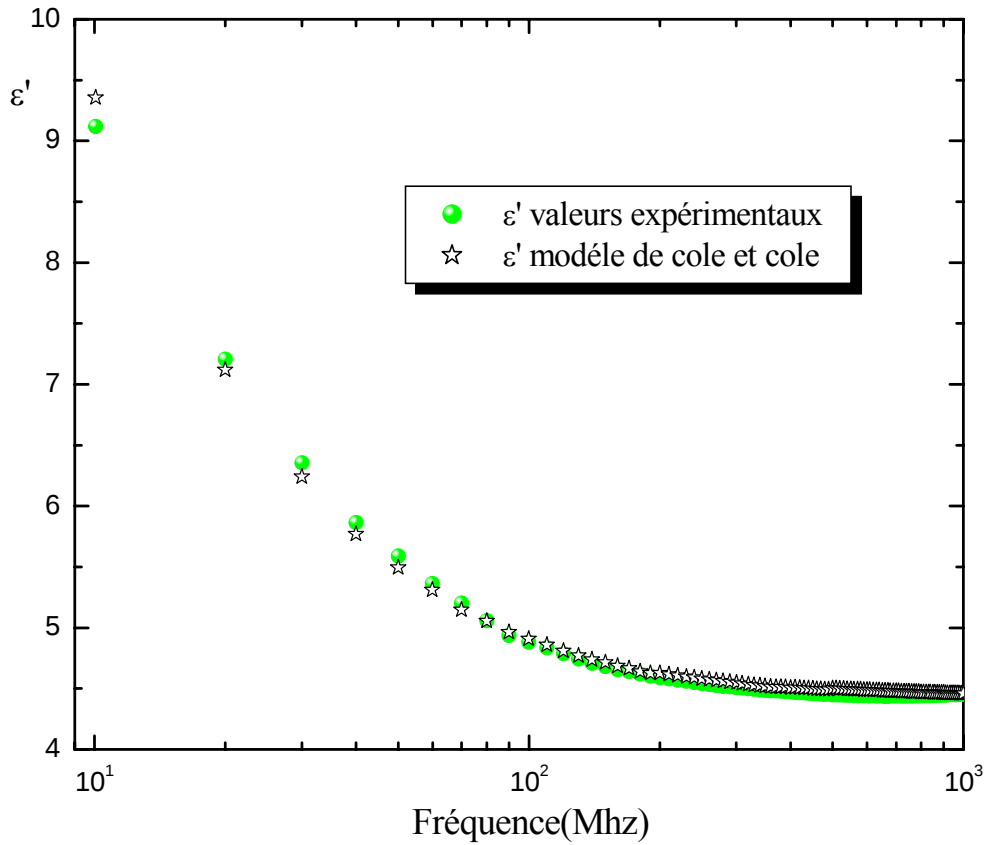
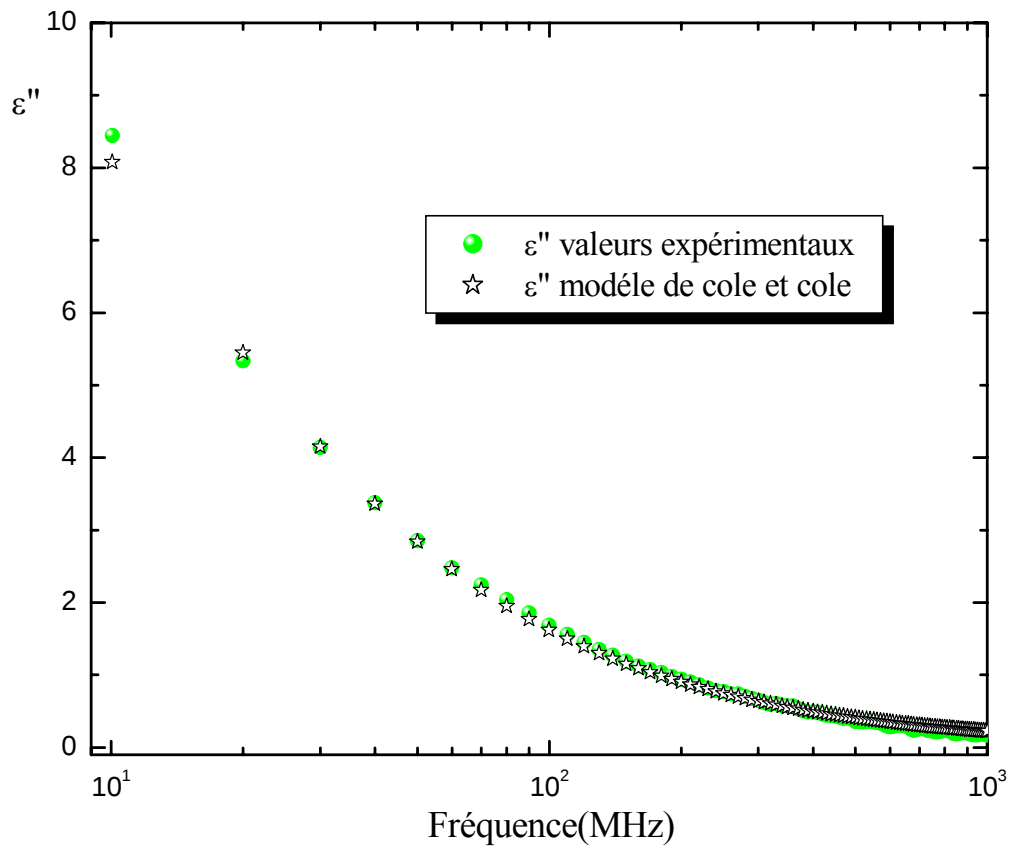


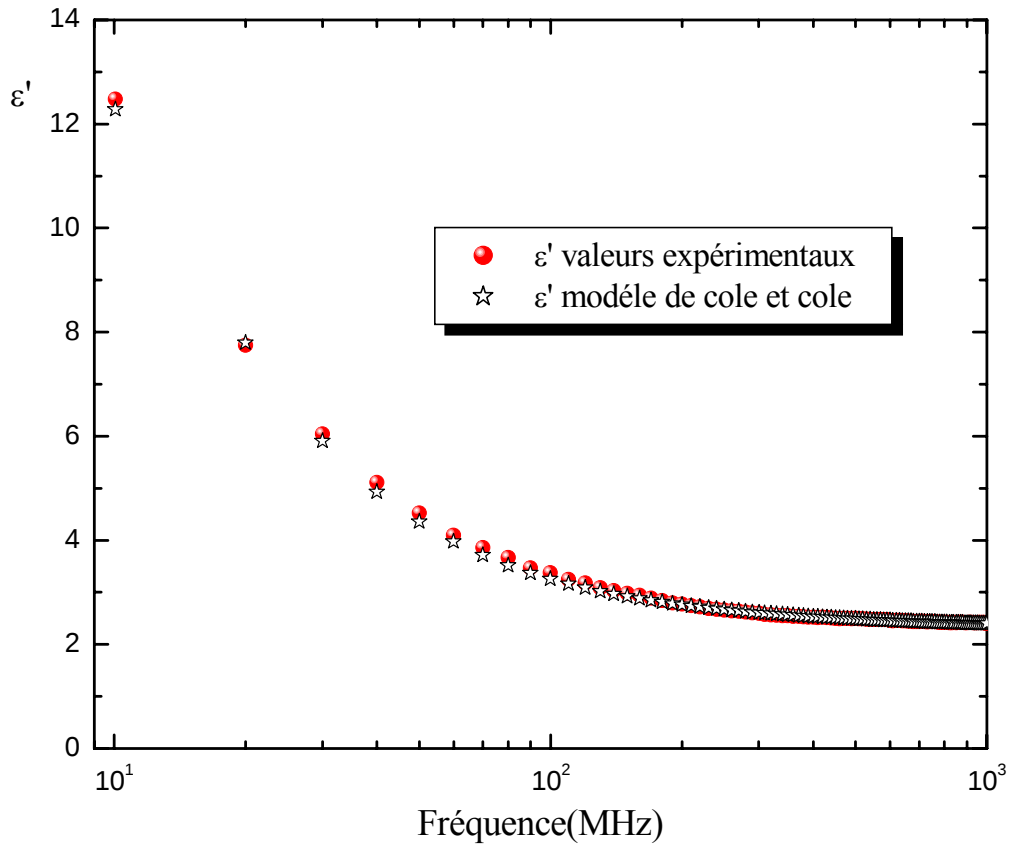
Fig.V.16 : Évolution de la partie imaginaire de la permittivité des échantillons en fonction de la fréquence



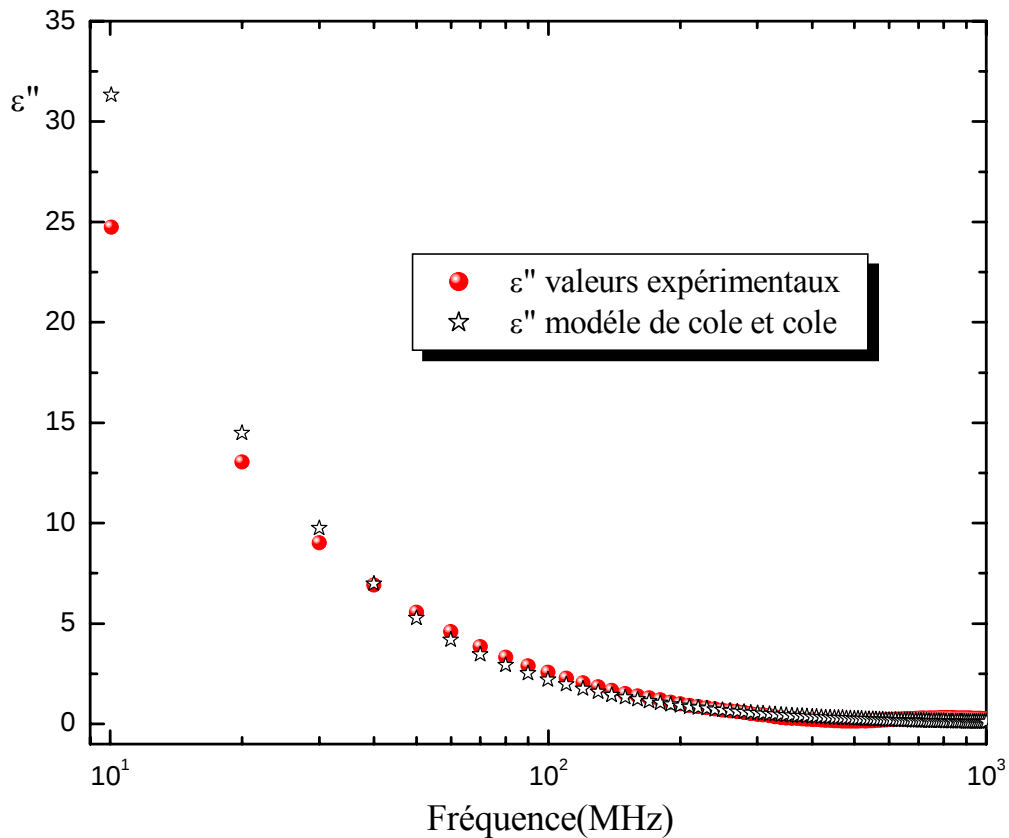
Fg V.17 : Évolution de la partie réelle de la permittivité de la pâte verte en fonction de la fréquence comparée aux valeurs calculées par la formule de COLE et COLE



Fg V.18 : Évolution de la partie imaginaire de la permittivité de la pâte verte en fonction de la fréquence comparée aux valeurs calculées par la formule de COLE et COLE



Fg V.19 : Évolution de la partie réelle de la permittivité du durcisseur en fonction de la fréquence comparée aux valeurs calculées par la formule de COLE et COLE



Fg V.20 : Évolution de la partie imaginaire de la permittivité du durcisseur en fonction de la fréquence comparée aux valeurs calculées par la formule de COLE et COLE

Nous avons reporté dans le tableau (V.2) les valeurs expérimentales et les valeurs issues de la formule de COLE et COLE.

Échantillons	ε_{∞}	σ (s/m)	f_r (Mhz)	ε_s	α
Durcisseur	2.30	0.026	9.5	23	0.85
Pâte Verte	4.47	0.0022	9	15	0.85
Résine jaune	3.26	0.00023	-	3.26	-

Tableau.V.2 : Paramètres diélectriques de nos échantillons.

D'après ces résultats, nous avons remarque que les valeurs expérimentales correspondent aux valeurs calculées par la formule Empirique de cole et cole, d'où l'on peut conclure le comportement diélectrique obéit au modèle de COLE et COLE. On note également que le durcisseur et la pâte verte relaxent en basse fréquence. On peut remarquer aussi que la conductivité statique du durcisseur est très supérieure à celle de la résine jaune et la pâte verte; quant à sa permittivité relative statique, elle est plus élevée. la constante de distribution α inférieur a 1 qui indique une légère distribution de temps de relaxation. Donc les dipôles ne sont pas tous identiques et l'interaction entre eux n'est pas négligeable. La rotation d'une molécule dépend de sa géométrie et de sa position par rapport à ses voisins. Donc chaque dipôle possède un temps de relaxation propre.

V.5.2-RÉSULTATS OBTENUS SUR LES MATÉRIAUX ALTÉRÉS PAR DURCISSEMENT :

Nous avons préparé l'échantillon "altéré" en mélangeant dans les mêmes proportions le durcisseur avec la résine jaune, le matériau obtenu est un solide légèrement élastique orange. L'homogénéité du mélange est contrôlée par l'uniformité de la couleur finale.

Le mélange doit prendre la forme pastille, de la cellule de mesure avec du diamètre, extérieur $d = 3,1\text{mm}$, et de diamètre intérieur $D = 7\text{mm}$, épaisseur $H = 4.5\text{mm}$.

a- Coefficient de réflexion :

Nous avons commencé par la mesure du coefficient de réflexion sur la gamme de fréquence 10MHz à 1000MHz qui est par la suite utilisée pour déterminer les parties réelle et imaginaire de la permittivité. Les résultats de ces mesures sont reportés dans les figures (V.21) et (V.22).

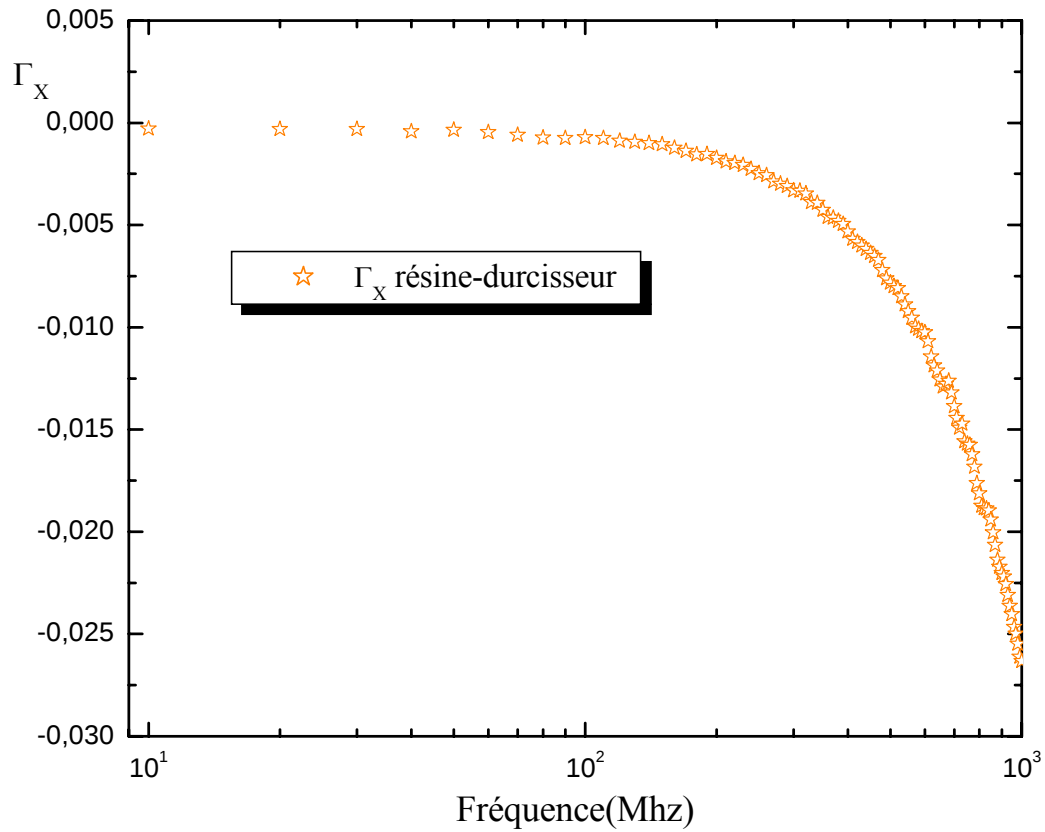


Fig.V.21 : Évolution de la partie réelle du coefficient de réflexion du mélange résine-durcisseur en fonction de la fréquence

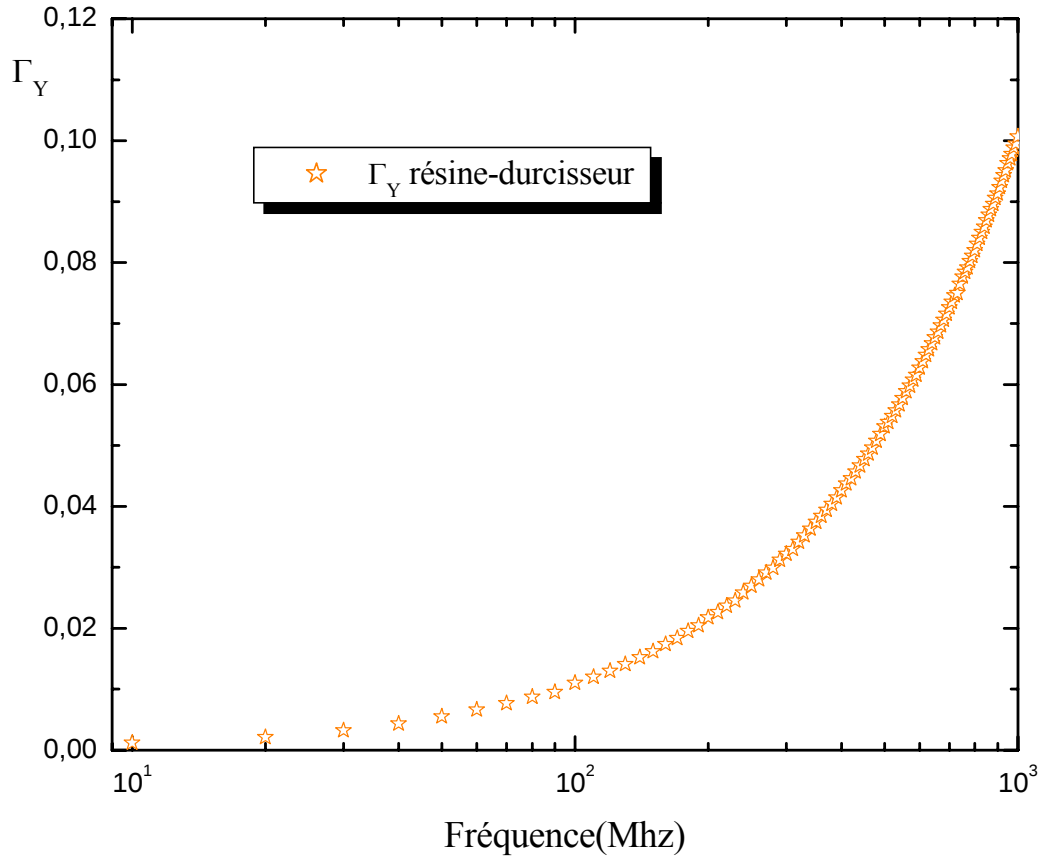
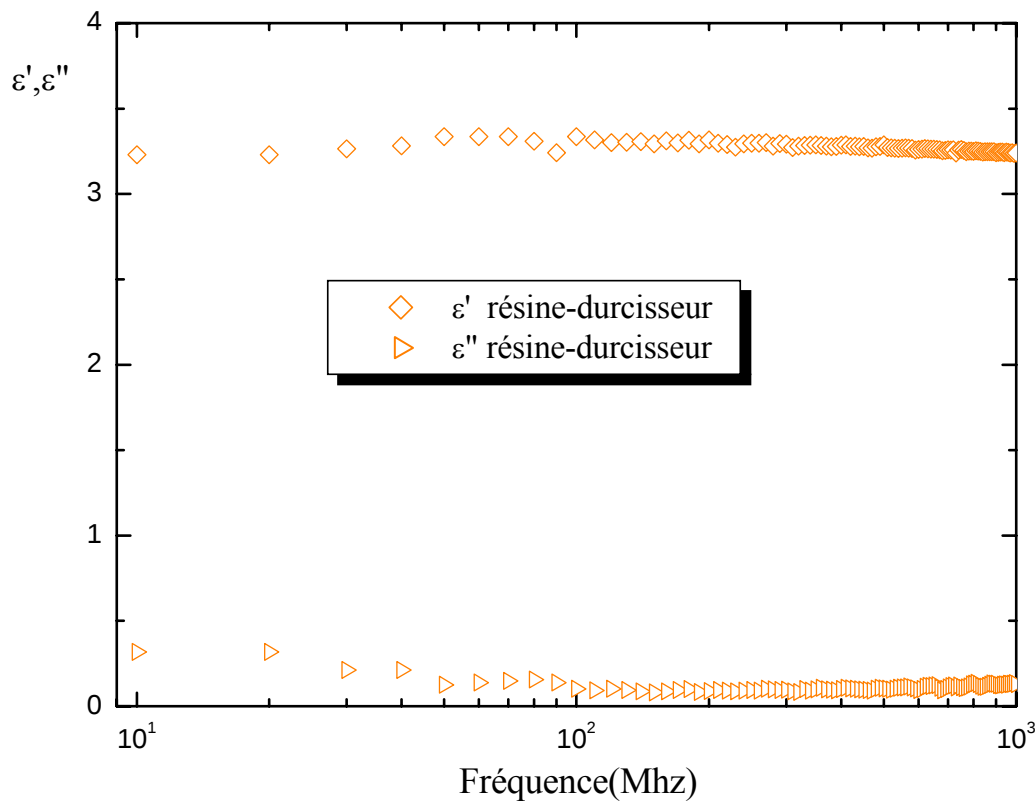


Fig.V.22 : Évolution de la partie imaginaire du coefficient de réflexion du mélange résine-durcisseur en fonction de la fréquence

b- permittivité relative complexe :

Le coefficient de réflexion est utilisé pour déterminer les parties réelle et imaginaire de la permittivité, les résultats de ces mesures sont reportés dans la figure (V.23).

Nous avons remarqués que la permittivité statique du mélange résine- durcisseur est constante quelque soit la fréquence. D'autre part, le facteur de perte est pratiquement nul (pas de relaxation) ; elle est légèrement fluctuante en basses fréquences.

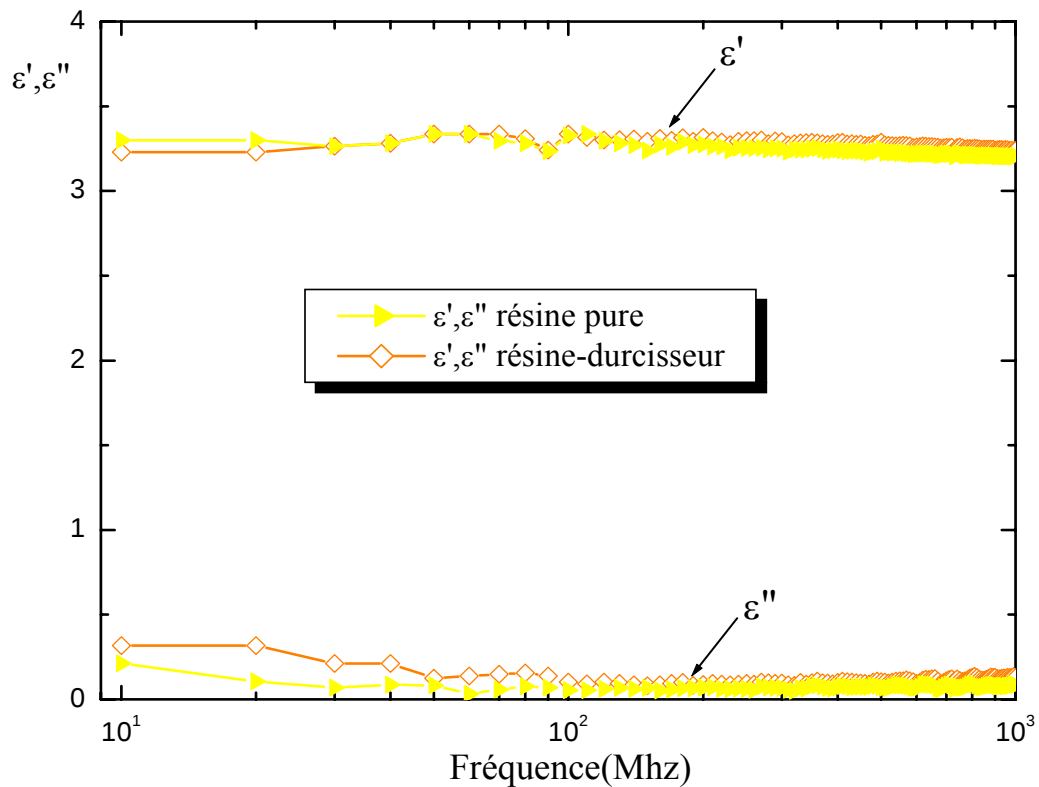


FigV.23: Évolution des parties réelle et imaginaire de la permittivité du mélange résine-durcisseur en fonction de la fréquence

Nous avons noté que les variations trouvées en fonction de la fréquence de la permittivité relative complexe pour le mélange résine-durcisseur, et pour la résine pure, sont confondues. Ce résultat est peut être dû, à la disparition du spectre de relaxation du durcisseur après son mélange avec la résine jaune (figure V.24).

D'après les résultats obtenus sur la résine pure et le mélange résine-durcisseur, on a un spectre plat qui indique la présence de la polarisation induit et absence de la polarisation dipolaire donc il n'est pas dipôle.

Les valeurs de la partie imaginaire de la permittivité du mélange résine-durcisseur est sensiblement supérieure à celle de la résine seule en basses fréquences, ceci est peut être dû à la conductivité du durcisseur qui est très supérieure à celle de la résine pure.



FigV.24: Évolution des parties réelle et imaginaire de la permittivité du mélange résine-durcisseur et de la résine pure en fonction de la fréquence

CONCLUSION

Conclusion

Nous nous sommes intéressés au cours de ce travail à la caractérisation des produits dentaires et à l'étude de l'évolution de la permittivité relative complexe. Cette étude est réalisée par une méthode fréquentielle développée au niveau du laboratoire de physique des matériaux l'équipe de "**Spectroscopie Diélectrique**".

La technique de caractérisation, est basée sur l'utilisation d'un analyseur d'impédance de type HP4191A qui mesure le coefficient de réflexion sur la gamme de fréquence allant de 10MHz à 1GHz, prenant par la suite à la détermination des parties réelle et imaginaire de la permittivité complexe.

Les résultats obtenus ont montré que certains matériaux, dans leur état naturel, présentent une conductivité électrique statique ; ceci explique les valeurs élevées de la partie imaginaire de la permittivité, obtenues en basses fréquences. La Comparaison de nos mesures avec celles trouvées par le modèle de COLE et COLE, a montré que le comportement diélectrique obéit à ce modèle.

D'autre part, le mélange résine-durcisseur a donné le même résultat que la résine pure, ce qui pourrait signifier que le durcisseur a perdu son spectre de relaxation après son mélange avec la résine, alors que cette dernière a gardé ses spectres de dispersion et d'absorption.

On a procédé à un complément de recherche d'information éventuelle concernant ces produits. Pour cela nous les avons traités par rayons X.

En ce qui concerne la résine (produit jaune) le spectre RX a montré la présence de silicium et d'oxygène (Quartz) ; par contre, pour le durcisseur (produit rouge) et la pâte d'empreinte il ne nous a pas été permis d'identifier les pics relevés par le même spectre de rayons X.

L'avantage de la méthode proposée, est de pouvoir déterminer le comportement diélectrique des matériaux sains et altérés, et avoir une idée sur la qualité des matériaux donnés, par une simple mesure de la permittivité dans le domaine des fréquences ; sa commodité réside dans l'utilisation d'échantillons nécessitant de petites quantités de matériau (quelques millimètres d'épaisseur seulement). L'ignorance de la structure chimique (secret commercial) de nos échantillons reste un obstacle pour une meilleure interprétation de nos résultats.

En perspective, nous comptons effectuer des comparaisons expérimentales avec des mesures réalisées par réflectométrie temporelle, et nous envisageons plus précisément d'explorer le domaine des fréquences inférieures à 10 MHz par la méthode du Q-mètre et supérieures à 1 GHz en utilisant un oscilloscope à échantillonnage dont le principe est justement basé sur les méthodes temporelles et ce pour d'autres types de matériaux.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- [1] R. SAOUD.
Caractérisation diélectrique de matériaux par méthode de résonance (Q-METRE) et par analyseur radiofréquence (IMPEDANCE-METRE).
Thèse de Magister, USTHB, Alger (2003).

- [2] C.J.F.BOTTCHER, P.BORDEWIJK.
Theory of Electric Polarization.
Vol. I, 2^{ème} édition, Elsevier (1973).

- [3] S.HAVRILIAK, S.NEGAMI.
A.complex plane analysis of α -dispersion in some polymer bsystems.
J.Polym.Sci.14,99 (1966).

- [4] B. HARAIOUBIA.
Instrumentation pour analyse large bande dans la gamme V.H.F
Application :a l'analyse de réseaux ,au contrôle de composante et à la mesure des propriétés diélectrique des matériaux .
Thèse Docteur ES Sciences, USTHB (1988).

- [5] A. NACER.
Caractérisation diélectrique des matériaux par spectroscopie fréquentielle.
Thèse de Magister, USTHB, Alger (1997).

- [6] R.COELHO; B. ALADENIZE.
Les diélectriques.
Editions Hermès, Paris (1993).

- [7] R. christian.
Technique de l'ingénieur "Méthode mesure et appareille" RE2.
- [8] C.KITTEL.
Introduction à la Physique de l'Etat Solide.
Dunod University, 5^{ème} édition (1972).
- [9] M.BENDAOUD.
Vibration et ondes, Cours et exercices.
2^{ème} Partie : Phénomènes de propagation. (1997).
- [10] A.VANDER VORST.
Électromagnétisme, Champs, forces et circuits.
Cabay, Libraire, Université catholique de Louvain (1983).
- [11] FEYNMANN, LEIGHTON, SANDS.
Electromagnétisme 1, Inter Editions (1979).
- [12] C.A. GUERBI.
Caractérisation diélectrique des matériaux par spectroscopie fréquentielle.
Thèse de Magister, USTHB, Alger (2001).
- [13] H.MEZOUARI.
Caractérisation diélectrique des matériaux par spectroscopie temporelle.
Thèse de Magister, USTHB, Alger (1995).
- [14] R.PETIT.
Ondes électromagnétiques en radioélectricité et en optique.
Edition, Masson, (1993).
- [15] P.F. COMBES.
Transmission en espace libre et sur les lignes.
Dunod University, 2^{ème} Edition.Paris (1988).

- [16] A.VANDER VORST.
Transmission, propagation et rayonnement.
Cabay, Libraire, Université catholique de Louvain (1985).
- [17] K.S.COLE, R.H.COLE.
Dispersion and absorption in dielectrics: Alternating current characteristics.
J.Chem.Phys.19, 1484 (1966).
- [18] R.COELHO.
Physics of dielectrics for the engineer.
Elsevier, Amsterdam (1979).
- [19] D.W.DAVIDSON, K.S.COLE.
Dielectric relaxation in glycerol, propylene glycol and n-propanol.
J.Chem.Phys.19,1484(1951).
- [20] V.V.DANIEL.
Dielectric relaxation, Academic Press Londres (1967).
- [21] A.SOUALMIA.
Etude de réactions de polymérisation par des méthodes de spectroscopie diélectrique.
Thèse Doctorat d'Etat, Bordeaux (1983).
- [22] A.BENDAHAH.
Application des lois de propagation d'onde dans un guide coaxial : mesure permittivité diélectrique.
Thèse de Magister, USTHB, Alger (2006).
- [23] P.F. COMBES.
Micro-ondes. Lignes, guides et cavités.
Dunod University, Toulouse (1995).

- [24] A.PEDEN, D. BOURREAU.
Caractérisation large bande des matériaux.
12^{èmes} journées Nationales Micro-ondes, mai (2001).
- [25] Manuel de l'utilisateur de l'analyseur d'impédance HP4191A.
- [26] J. KRUPKAY, K. DERZAKOWSKIZ, BILL RIDDLEX, ET J. B-JARVISX.
A dielectric resonator for measurements of complex permittivity of low loss dielectric materials as a function of temperature.
Meas. Sci. Technol. 9 1751–1756. (1998).
- [27] H.FELLNER-FELDEGG.
The measurement of dielectrics in the time domain.
J. Phys. Chem.Vol.73, No.3 (1969).
- [28] M.A.YESSAD.
Modélisation et caractérisation des matériaux absorbants dans le domaine des hyperfréquences.
Thèse de Magister, Université Ferhat .ABBES. SATIF (1998).
- [29] S. TRABELSI, A. KRASZEWSKI, et S. ONELSON.
Microwave dielectric sensing of bulk density of granular materials.
Meas. Sci. Technol. 12 2192–2197(2001).
- [30] A.MERZOUKI, M.A.YESSAD, DHAMZAOUI.
Nouvelle méthode de mesure pour la caractérisation des matériaux diélectriques solide en hyperfréquences par spectroscopie temporelle.
Vol. electrical engineering III 7-9 Dec-1997, Bestna university, Algeria.
- [31] ROBERT H.COLE.
Evaluation of dielectric behaviour by time domain spectroscopy. II. Complex Permittivity.
J. Phys. Chem.Vol.79, No.14 (1975).

- [32] A.BOUTAUDON.
Caractérisation électromagnétique de matériaux hétérogènes par techniques temporelles. Application à l'étude de matériaux du génie civil et de composites polymères chargés par des noirs de carbone.
Thèse Docteur. Université Bordeaux I (1996).
- [33] A. BELARNI.
Étude par la méthode de spectroscopie diélectrique d'une réaction de polymérisation.
Thèse de Magister, USTHB, Alger (1992).
- [34] M. OULD TALEB.
Etude comparée de deux technique de calcule relative à la mesure de permittivité complexes d'un composite (DGBEA / DDM/ GRAPHITE) par cavité résonnante micro-onde en bander X.
Thèse de Magister, USTHB, Alger (1999).
- [35] A.DERBOUZ.
Étude et réalisation d'un dispositif asservi permettant les mesures des permittivité d'un diélectrique liquide hyperfréquence.
Thèse de Magister, USTHB, Alger (1983).
- [36] T. CHARIF.
Caractérisation diélectrique de réaction de polymérisation.
Thèse de Magister, USTHB, Alger (1988).
- [37] B.GESTBLOM and E.MORELAND.
Transmission methods in dielectric time domain spectroscopy.
J. Phys. Chem.Vol.81, No.8, (1977).
- [38] R.A.WALDRON.
Perturbation theory of resonant cavities.
Proc.Inst.Elec.Eng. Vol. 107C, pp.272-274.April (1960).

- [39] P.F. COMBES.
Ondes Métriques et Centimétriques.
Dunod University, 3^{ème} Edition .Paris (1988).
- [40] S.O.NELSON.
dielectric properties measurement techniques and applications.
Tans.ASAE.VOL.42.(2).pp523-529.1999.
- [41] H.FROHLICH.
Theory of dielectrics, Clarendon (1958).
- [42] S.ÉTINNE, D.AURENT.
Introduction à la physique des polymères, Dunod, paris, 2002.
- [43] LEITUNGSTHEORIE,G.S.MOSCHYTZ, U.BRUGGER,J.ROSENBLATT.
Transmission sur lignes.
HE-Arc, ingénierie, Edition 2004.