



32-530-727-1

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

-----o-----

UNIVERSITÉ FERHAT ABBAS

SÉTIF

MÉMOIRE

Présenté par

YESSAD MOHAMED AMOKRANE

Pour obtenir le titre de **Magister**
de l'Institut d'Électronique

Option

MICRO-ELECTRONIQUE

**CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX SOLIDES HÉTÉROGÈNES
DANS LE DOMAINE DES HYPERFRÉQUENCES
PAR LES TECHNIQUES TEMPORELLES**

Date de soutenance : 29/06/1998

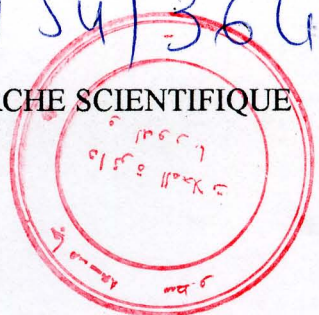
Devant le jury composé de :

Président :	Mr. F. DJAHLI	M.C. Université de Sétif
Rapporteur :	Mr. A. MERZOUKI	M.C. Université de Sétif
Examineurs :	Mr. D. SLIMANI	M.C. Université de Sétif
	Mr. E. BOUSBIAT	C.C. ENS de Kouba
	Mr. N. BOUZIT	C.C. Université de Sétif

Année 1997/98

32-530-727-1 TS4/3648

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITÉ FERHAT ABBAS
SÉTIF

MÉMOIRE

Présenté par

Yessad Mohamed AMOKRANE

Pour obtenir le titre de **Magister**
de l'Institut d'Électronique



Option

MICRO-ELECTRONIQUE

**CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX SOLIDES HÉTÉROGÈNES
DANS LE DOMAINE DES HYPERFRÉQUENCES
PAR LES TECHNIQUES TEMPORELLES**

Date de soutenance : 29/06/1998

Devant le jury composé de :

- | | | |
|--------------|-----------------|--------------------------|
| Président : | Mr. F. DJAHLI | M.C. Université de Sétif |
| Rapporteur : | Mr. A. MERZOUKI | M.C. Université de Sétif |
| Examineurs : | Mr. D. SLIMANI | M.C. Université de Sétif |
| | Mr. E. BOUSBIAT | C.C. ENS de Kouba |
| | Mr. N. BOUZIT | C.C. Université de Sétif |

Année 1997/98

Remerciements

Je tiens à remercier tout particulièrement Monsieur Abdelaziz MERZOUKI Maître de conférences à l'institut d'Electronique, pour m'avoir proposé ce sujet, pour son encadrement, sa compétence et ces précieux conseils qui m'ont beaucoup aidé pendant la réalisation de ce travail. Qu'il trouve ici ma profonde reconnaissance et mon profond respect.

Je tiens à exprimer mes remerciements à Monsieur André-Marie BOTTREAU directeur de recherche au CNRS (Bordeaux 1, France), en acceptant de m'accueillir dans son laboratoire de Physique des Interactions Onde-Matière, pour son suivi et ces explications qui m'ont été très bénéfiques. Qu'il trouve ici ma sincère reconnaissance

Je remercie encore vivement Monsieur Nacer-Edine BOUZIT, de m'avoir aidé pour la réalisation des échantillons et pour sa précieuse assistance que ce soit sur le plan scientifique ou social durant le stage. Qu'il trouve ici ma sincère reconnaissance et mes chaleureux remerciements.

Sans oublier de remercier Monsieur Achour SOUALMIA, Professeur à l'USTHB Alger, pour son aide et ses conseils durant le stage.

Je tiens à exprimer mes remerciements à Monsieur F. DJAHLI Maître de conférences à l'institut d'Electronique de l'Université de Sétif qui m'a fait l'honneur de lire ma thèse et de présider le jury d'examen.

Je remercie également Dr D. SLIMANI, Maître de conférences à l'Université de Sétif, Dr E. BOUSBIAAT, Chargé de cours à l'ENS de Couba et Monsieur N. BOUZIT, Chargé de cours à l'Université de Sétif, pour le plaisir qui m'ont fait de lire soigneusement ma thèse et d'être membre de jury, témoignant ainsi l'intérêt qu'ils portent à ce travail.

Mes remerciements vont également à tous ceux qui m'ont aidé à la réalisation de ce travail, entre autre M^{elle} HAMZAUI Dahbia, le personnel et les collègues du laboratoire PIOM, Monsieur JIL, Rachid, Frédéric, Murielle, Noël,, et les collègues de la promotion de post-graduation pour leur soutien moral.

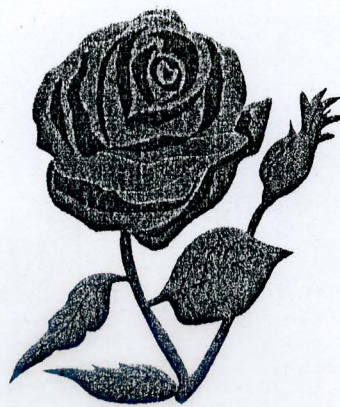
En fin je tiens à exprimer mes remerciements à mes parents qui m'ont aidé et encouragé durant tout mon cursus.

A mes chers parents

A toute ma famille

A tous ceux qui me sont chers

A une Algérie prospère



Résumé de la thèse

L'objectif de ce travail consiste en la caractérisation des milieux diélectriques hétérogènes par la technique de la spectroscopie en domaine de temps TDS.

Notre travail commence par une description du principe général de la TDS et le traitement de signal qui lui est associée. Ensuite nous avons étudié les méthodes utilisées en TDS : la méthode de la première réflexion, la méthode de la ligne court-circuitée, la méthode de la ligne adaptée et la méthode à transition guide coaxial/guide cylindrique. Ces méthodes possèdent des avantages et des inconvénients des uns par rapport aux autres ainsi le choix de la méthode à appliquer dépend de la nature du matériau à caractériser.

La demande croissante des matériaux à forte permittivité nous a poussé à préparer des matériaux à base du polyester chargé avec des céramiques (Titanate de baryum et le Titanate de strontium), ces derniers ont une permittivité très élevée à l'état pur. La préparation est faite à froid, ce qui a permis de réaliser des fractions volumiques variants entre 0% et 50% du polyester par rapport à ces céramiques.

Suite aux avantages et à la facilité de mise en œuvre de la méthode de la ligne adaptée nous l'avons choisie pour faire les mesures en suite le calcul de la permittivité complexe des matériaux que nous avons préparés.

Les résultats obtenus montrent la grande dépendance de la partie réelle de la permittivité par rapport à la fraction volumique, ce qui nous a donné une idée générale sur l'effet des céramiques sur la permittivité.

Mots clés :

- Hyperfréquences
- Propagation
- Permittivité
- Spectroscopie en domaine de temps
- Traitement de signal.
- Diélectriques.

Sommaire

Introduction	1
Chapitre I Principe de base de la TDS	3
I.1 Historique.....	3
I.2.1 Généralités et principes de mesure	5
I.2.2 Définition de la fonction d'appareil	6
I.2.3 Méthode de Samulon	11
I.3 Dispositif expérimental	12
I.3.1 Réflectromètre	12
I.3.2 Le générateur d'échelon.....	13
Chapitre II Les méthodes utilisées en TDS	16
II.1 Coefficients de réflexion et de transmission.....	16
II.2 Méthode de la première réflexion	20
II.3 Les méthodes à réflexions multiples	22
II.3.1 Méthode de la ligne court-circuitée.....	22
II.3.2 Méthode de la ligne ouverte.....	25
II.3.3 Méthode de la ligne adaptée.....	29
II.4 Méthode utilisant la transition guide coaxial/guide cylindrique.....	34
II.4.1 Formulation du problème	35
II.4.2 Problème direct.....	38
II.4.3 Problème inverse	42
II.4.4 Programmes développés	43
II.5 Conclusion	47

Chapitre III Les problème inhérents à la TDS	48
III.1 Les erreurs systématiques.....	49
III.2 Les erreurs aléatoires.....	49
III.3 Les erreurs liées à l'acquisition et au traitement du signal.....	50
III.3.1 Les erreurs liée a l'acquisition des données.....	51
III.3.2 Les erreurs liées au traitement des données.....	54
III.4 Les erreurs de nature mécanique	55
 Chapitre IV Généralités sur les matériaux utilisés.....	56
I.1 Introduction	56
I.2 Les céramiques et leurs utilisation en électronique.....	59
I.2.1 Application en électronique	60
I.2.2 Préparation et caractérisation du titanate de baryum.....	62
 Chapitre V Préparation des échantillons et résultats obtenus ...	64
II.1 Préparation des échantillons	64
II.1.1 Première préparation.....	64
II.1.2 Deuxième préparation.....	65
II.2 Résultats expérimentaux.....	68
II.2.1 Permittivité complexe en fonction de la fréquence.....	68
II.2.2 Partie réelle de la permittivité en fonction des fractions volumiques	79
II.3 Conclusion et interprétation.....	80
Conclusion	81
Bibliographie	83
Annexe.....	86

Introduction

La caractérisation électromagnétique des matériaux diélectriques hétérogènes en hyperfréquences, constitue depuis de nombreuses années, un des axes de recherche prépondérant, ceci est dû aux nombreuses applications que peuvent avoir ces matériaux dans plusieurs domaines, telles que les Télécommunications, l'électronique, l'électrotechnique et l'aéronautique.

L'objectif de notre travail consiste à la détermination de la permittivité complexe $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$ des matériaux diélectriques non magnétiques en utilisant les méthodes temporelles ou précisément la spectroscopie en domaine de temps TDS. Cette dernière constitue un outil précieux pour l'étude du comportement diélectrique des liquides et des solides. Son principe de base est simple, il consiste à faire propager dans une ligne coaxiale un échelon de tension à temps de montée très bref et d'en étudier les réflexions qu'il peut avoir sur un matériau placé dans cette ligne. Par la transformée de Fourier d'une part et les méthodes numériques de résolution des systèmes d'équations d'une autre part, cette technique se ramène au calcul de la permittivité complexe de ce matériau.

Nous avons divisé notre travail en cinq chapitres. Dans le premier chapitre nous avons traité le principe de la TDS et le traitement de signal qui lui est associé. Puis, dans le deuxième chapitre nous avons étudié les différentes méthodes de mesure utilisées en TDS. La première est celle de la première réflexion qui est avantageuse par sa facilité, mais elle présente des limitations importantes. Ensuite nous avons étudié les méthodes à réflexions multiples qui tiennent en compte de toutes les réflexions issues des deux interfaces de l'échantillon. Parmi ces méthodes, il y a la méthode du court-circuit, la méthode de la ligne ouverte et la méthode de la ligne adaptée que nous avons utilisée pour effectuer nos mesures.

La dernière méthode que nous avons étudiée est la méthode utilisant la transition guide coaxial – guide cylindrique. Cette méthode présente un avantage considérable qui vient du fait qu'elle permet l'utilisation des échantillons à forme cylindrique, elle évite ainsi l'usinage des échantillons à forme toroïdale exigée par les méthodes précédentes. Le principe de cette méthode consiste à déterminer les

paramètres diélectriques du matériau à partir de l'étude de la continuité des champs électromagnétiques au niveau de la transition guide coaxial – guide cylindrique.

Dans le troisième chapitre nous avons présenté les erreurs et les problèmes inhérents à la TDS, telles que les erreurs systématiques et les erreurs d'acquisition et de traitement des données.

Le quatrième chapitre est consacrée d'abord aux critères de choix des matériaux diélectriques pour la préparation des échantillons. Les matériaux que nous avons utilisés pour la préparation de nos échantillons sont le polyester comme matrice, chargé avec le titanate de baryum et le titanate de strontium, ces derniers ont une permittivité élevée et stable en température. Ce qui est un avantage considérable et ouvre le champ à des diverses applications telles que la miniaturisation des condensateurs et d'autres applications en hyperfréquences.

Dans le dernier chapitre nous présentons la méthode que nous avons utilisé pour la préparation des échantillons avec des fractions volumiques allant de 0% à 50% de céramique par rapport au polyester, puis nous présentons les résultats de mesure sur une large bande de fréquence 0,1–10 GHz pour toutes les fractions volumiques réalisées.

En fin nous terminons notre travail par une conclusion qui résume le travail qui à été fait en situant l'intérêt des méthodes temporelles et en définissant les perspectives que nous envisageons pour l'avenir.

Chapitre I

Principes De Base De La TDS

I. 1 Historique [1 à 11]

La caractérisation d'un système physique au moyen de techniques temporelles n'est pas nouvelle ; en effet, dès 1951, Cole [5] et ses collaborateurs y eurent recours. Mais c'est surtout en ingénierie des télécommunications qu'elles furent utilisées pour localiser les discontinuités existant dans les câbles par exemple, en y injectant une impulsion électrique et en analysant les réflexions produites par ces discontinuités. Ces techniques d'investigation sont particulièrement bien adaptées à ce genre de problèmes, car l'amplitude et la forme du signal réfléchi donnent directement des informations sur la nature de l'impédance de la discontinuité, alors que le temps mis par l'impulsion pour se propager jusqu'à celle-ci et en revenir permet de la situer. Les progrès réalisés au milieu des années soixante dans la technologie des oscilloscopes à échantillonnage et des générateurs à diodes-tunnel ont permis d'affiner ces techniques, qu'on regroupa sous le nom de Reflectometrie En Domaine De Temps et de les appliquer également à l'analyse des réseaux électroniques.

Parallèlement à ces études spécifiques qui continuent de connaître de nombreux développements, un nouveau et prometteur champs d'application s'ouvrit pour ces techniques en 1969, quand Fellner-Feldegg [6] eut l'idée de les utiliser pour évaluer directement les paramètres caractéristiques de la relaxation diélectrique des liquides polaires. Bien que Whittingham ait montré que la procédure utilisée était erronée. Le concept expérimental présenté par Fellner-Feldegg demeure correct. Ce même auteur, en collaboration avec Barnett, devait par la suite publier un second article basé sur une analyse mathématique exacte des phénomènes et dont les résultats étaient donnés sous forme graphique afin d'être directement exploitables. Si Brehm et Stockmayer [7] ont

persisté dans cette voie, Loeb, Suggett et leurs collaborateurs [8] furent les premiers à faire paraître un article complet, tant sur le plan principes que sur la procédure expérimentale, et dont les résultats sont tout à fait comparables à ceux obtenus par les méthodes conventionnelles du domaine fréquentiel. Contrairement à leurs prédécesseurs, ils ne tentèrent pas d'évaluer directement le comportement diélectrique des substances étudiées, mais choisirent une analyse indirecte, basée sur les propriétés de la transformation de Fourier [9,10] qu'on va rappeler ultérieurement.

Très rapidement de nouvelles publications d'abord théoriques puis pratiques vont paraître et élargir ainsi le champ d'investigation des techniques temporelles. La plus part d'entre elles sont consacrées à la présentation de différentes méthodes d'analyse des signaux transmis ou totalement réfléchis par un échantillon inséré dans une ligne coaxiale, elle-même terminée par une charge adaptée ou un court-circuit. D'autres méthodes encore, combinant les propriétés de la réflexion et de transmission des signaux par l'échantillon, ont été publiées[11].

En disposant systématiquement l'échantillon diélectrique en extrémité de ligne et en le considérant, du point de vue des lignes de transmission, comme quadripôle symétrique, Cole a donné du problème, et pour tous les cas de figures (ligne adaptée, ligne ouverte ou ligne court-circuitée) une formulation différente. Basée sur un concept voisin, la méthode proposée par Stuchly consiste à placer l'échantillon entre le conducteur interne et le court-circuit terminant la ligne. Cette disposition est celle d'un condensateur placé en dérivation en bout de ligne et conduit à une détermination simple de la permittivité complexe du milieu étudié.

Bien que les méthodes d'analyse que nous venons de mentionner aient donné en général toute satisfaction à leurs utilisateurs, mais la démarche suivie est en fait particulièrement lourde. En effet, pourquoi est-il utile pour obtenir des informations sur les temps de relaxation diélectrique de passer par l'étape du domaine fréquentiel ? . Certains auteurs ont tenté de s'affranchir de ce paradoxe en essayant d'évaluer directement en domaine de temps les caractéristiques diélectriques du matériau, mais il faut admettre que les méthodes purement temporelles sont apparues beaucoup moins puissantes que leurs homologues mixtes faisant appel à la transformée de Fourier. Elles ont cependant repris tout leur intérêt avec l'apparition de nouveaux logiciels puissants permettant de rendre leur utilisation plus facile.

Nous nous intéressons dans le cadre de cette thèse à ces dernières méthodes faisant à la fois intervenir une analyse temporelle et un traitement de Fourier que l'on

regroupe généralement sous le nom générique de SPECTROSCOPIE EN DOMAINE TEMPOREL ou Time Domain Spectroscopy (TDS).

I. 2. 1 Généralités et principes de mesure

Dans les techniques de réflectométrie en domaine temporel, nous faisons propager dans une ligne supposée sans pertes un signal que l'on assimile généralement à échelon de tension de temps de montée très bref dont nous étudions les caractéristiques lorsqu'il rencontre un matériau quelconque placé dans cette ligne.

Un échelon de ce type peut être schématisé par la figure ci-dessous :

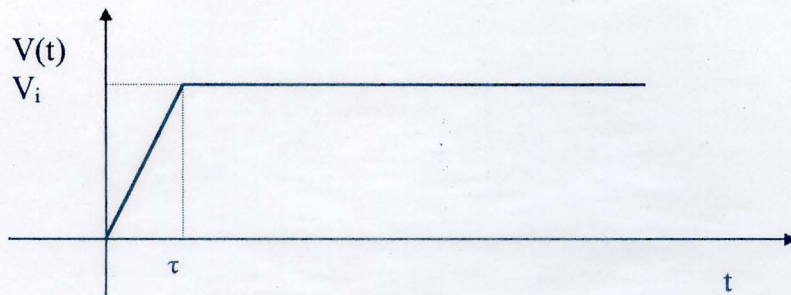


Figure 1 : Echelon incident de tension en domaine temporel

avec comme caractéristiques :

$$V(t) = 0 \text{ pour } t \leq 0$$

$$V(t) = \frac{V_i}{\tau} t \text{ pour } 0 \leq t \leq \tau$$

$$V(t) = V_i \text{ pour } t \geq \tau$$

Nous pouvons d'après les propriétés issues du théorème de Fourier[7,8], calculer l'amplitude complexe $V(\omega)$ dans l'espace transformé des fréquences :

$$V(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} V(t)e^{-j\omega t} dt = \int_0^{+\infty} V(t)e^{-j\omega t} dt = -\frac{V_i}{\tau} \frac{1 - e^{-j\omega \tau}}{\omega^2} \quad (I.1)$$

Lorsque le temps de montée τ devient faible, nous aurons :

$$V_{\tau \rightarrow 0}(\omega) = \frac{V_i}{j\omega} \quad (I.2)$$

Cette dernière expression correspond à la transformée de Fourier de la fonction échelon dont nous pouvons également calculer la densité spectrale, il vient :

$$I(\omega) = V(\omega)V^*(\omega) = -\frac{2V_i^2}{\tau^2} \left(\frac{1 - \cos(\omega\tau)}{\omega^4} \right) \quad (I.3)$$

$$I_{\tau \rightarrow 0}(\omega) = 2 \frac{V_i^2}{\tau^2} \frac{\omega^2 \tau^2}{2\omega^4} = \frac{V_i^2}{\omega^2} \quad (I.4)$$

La densité spectrale qui est inversement proportionnelle au carré de la fréquence s'atténue moins rapidement vers les hautes fréquences que celle d'un signal de temps de montée fini inversement proportionnelle à la fréquence à la puissance quatre. Nous voyons donc l'intérêt de pouvoir utiliser des signaux incidents avec un temps de montée très bref ce qui est rendu possible depuis plusieurs années avec l'utilisation de diodes à pas de recouvrement rapide (step recovery diode) qui assurent également une grande stabilité en temps permettant d'atteindre des fréquences de l'ordre de 12 GHz dans l'espace transformé.

Ce signal se propage donc dans une ligne d'impédance caractéristique Z_0 et lorsqu'il rencontre une ligne d'impédance Z une partie du signal incident sera réfléchi. Le coefficient de réflexion à l'interface s'exprimera par :

$$R = \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0} \quad (I.5)$$

Nous pourrions donc, connaissant R , obtenir Z et caractériser la nature de ce changement d'impédance : il pourra être dû à un défaut de connectique, à un changement de standard dans la propagation guidée ou dans le cas qui nous intéresse, à la présence d'un échantillon dans la ligne.

Le signal ainsi obtenu doit être traité pour le rendre compatible avec l'algorithme de la transformée de Fourier (rapide ou discrète) utilisé et ainsi pouvoir passer dans le domaine des fréquences dans lequel il sera analysé et éventuellement interprété.

I. 2. 2 Définition de la fonction d'appareil.

Un instrument de mesure donne d'un phénomène physique non pas une image nette mais une image un peu floue ; par exemple une impulsion infiniment brève à l'entrée d'un amplificateur ne donne jamais un signal de durée infiniment brève, mais un signal de durée finie, non nulle.

Notre spectromètre traduira lui aussi une impulsion de durée quasi nulle par un signal de durée finie et cela à donc pour effet de perturber un signal quelconque injecté à son entrée. Pour en tenir compte et corriger l'erreur engendrée; on introduit une grandeur caractéristique de l'appareil que l'on appelle «fonction d'appareil» [1 à 4, 12].

Nous représentons notre spectromètre par le système défini sur la figure ci-dessous, où il est considéré uniquement comme un simple système de transfert donnant à partir d'une information reçue $E(t)$ une réponse $S(t)$ qui dépend uniquement de $E(t)$ [2].

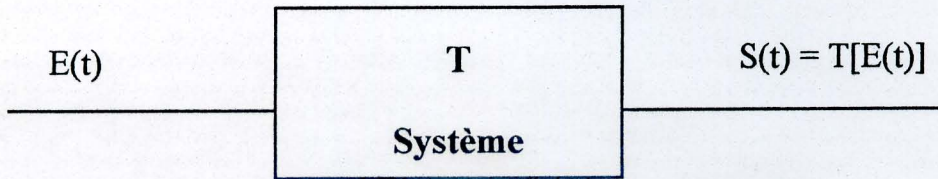


Figure 2 : Réponse $S(t)$ par un système T à une information $E(t)$

Si nous envoyons sur notre système que nous supposons passif, linéaire et causal et vérifiant le principe de l'invariance temporelle, une impulsion brève $E(t) = \delta(t-t_0)$, nous aurons alors, à la sortie, un signal de durée finie.

On introduit la fonction de Dirac définie par :

$$E(t) = \delta(t) \quad (I.6)$$

et

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \delta(t) dt = 1 \quad (I.7)$$

En $t_0 = 0$:

$$E(t) = \int e^{j\omega t} d\omega \quad (I.8)$$

Dans ce cas le signal d'entrée peut être considéré comme une somme infinie d'exponentielle :

$$S(t) = T \left[\int_{-\infty}^{+\infty} e^{j\omega t} d\omega \right] \quad (I.9)$$

Le système est linéaire, donc

$$S(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} T[e^{j\omega t} d\omega] \quad (I.10)$$

Dans cette expression, le terme $T[\exp(j\omega t)]$ peut être considéré comme la réponse du système à $E(t) = \int \exp(j\omega t) d\omega$. Nous pouvons également écrire d'après la propriété de l'invariance temporelle :

$$T[\exp(j\omega(t + t_1))] = S[t + t_1] = \exp(j\omega t_1) T[\exp(j\omega t)] = \exp(j\omega t_1) S(t) \quad (I.11)$$

Pour $t = 0$, il vient :

$$T[\exp(j\omega t_1)] = \exp(j\omega t_1) T(1) \quad (I.12)$$

t_1 est quelconque, donc

$$T[\exp(j\omega t)] = \exp(j\omega t) T(1) \quad (I.13)$$

Nous avons donc trouvé un facteur de proportionnalité entre la réponse $T[\exp(j\omega t)]$ et son excitation $\exp(j\omega t)$. Ce facteur est généralement complexe et dépendant de ω , nous l'appellerons fonction de transfert et le noterons $H(\omega)$.

$$T[\exp(j\omega t)] = H(\omega) \exp(j\omega t) \quad (I.14)$$

D'après la relation (I.1), la réponse à une impulsion de Dirac pourra alors s'écrire :

$$S(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} H(\omega) e^{j\omega t} d\omega \quad (I.15)$$

Où on reconnaît l'expression de la transformée de Fourier inverse de $H(\omega)$:

$$S(t) = TF^{-1}[H(\omega)] \quad (I.16)$$

Ainsi la réponse du système à une impulsion infiniment brève est la transformée de Fourier inverse de la fonction $H(\omega)$, nous l'appellerons réponse impulsionnelle et nous la noterons $H(t)$.

Si nous considérons maintenant un signal d'entrée $V(t)$ quelconque. Nous aurons à l'intégrale de convolution :

$$V(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} \delta(t-t_1) V(t_1) dt_1 \quad (I.17)$$

La réponse de ce signal est :

$$\begin{aligned} W(t) &= T[V(t)] \\ &= T\left[\int_{-\infty}^{+\infty} \delta(t-t_1) V(t_1) dt_1\right] \\ &= \int_{-\infty}^{+\infty} T[\delta(t-t_1) V(t_1) dt_1] \\ &= \int_{-\infty}^{+\infty} T[\delta(t-t_1)] V(t_1) dt_1 = \int_{-\infty}^{+\infty} H(t-t_1) V(t_1) dt_1 \end{aligned} \quad (I.18)$$

On reconnaît alors l'expression du produit de convolution de la fonction d'appareil $H(t)$ par notre signal d'entrée.

$$W(t) = H(t) * V(t) \quad (I.19)$$

La réponse d'un système physique à une excitation incidente est donc donnée par le produit de convolution de cette excitation par la réponse impulsionnelle du système.

Nous pouvons utiliser la propriété du produit de convolution qui s'énonce comme suit. Si $F(\omega)$ et $G(\omega)$ sont les transformées de Fourier respectivement de $f(t)$ et $g(t)$ alors le produit algébrique de $F(\omega).G(\omega)$ sera la transformée de Fourier du produit de convolution de $f(t)*g(t)$ et réciproquement.

Nous appliquons cette propriété à nos signaux, nous aurons :

Transformation de Fourier

$$W(t) = H(t) * V(t) \longrightarrow W(\omega) = H(\omega) \cdot V(\omega) \quad (I.20)$$

Nous pouvons donc définir $V(\omega)$, fonction recherchée, par :

$$V(\omega) = \frac{W(\omega)}{H(\omega)} \quad (I.21)$$

Si nous connaissons $H(\omega)$. Il est donc nécessaire pour remonter à $V(\omega)$ de déterminer $H(\omega)$. Il suffit pour cela d'avoir une charge étalon dont on connaît la réponse sur l'ensemble de la bande spectrale. Plusieurs possibilités s'offrent à nous.

Nous avons utilisé un court-circuit dont la réponse fréquentielle $R_{cc}(\omega) = -1$ est bien connue ce qui permettra de caractériser la fonction de transfert $H(\omega)$.

On peut exprimer alors la réponse d'un échantillon par :

$$V(\omega) = \frac{W(\omega)}{-R_{cc}(\omega)} \quad (I.22)$$

Avec les notations suivantes :

$V(\omega)$ est la réponse de l'échantillon ou réflexion globale.

$W(\omega)$ est le signal détecté par le spectromètre.

$R_{cc}(\omega)$ est le signal détecté lorsque la charge de la ligne de mesure est un court-circuit que nous aurons disposé rigoureusement à la même distance que la face avant de l'échantillon.

Un autre problème concernant la nature même du signal a traité doit être évoqué. En effet, l'acquisition des signaux est obtenue à partir d'un oscilloscope numérique à échantillonnage. On obtient donc des signaux quantifiés dans le temps avec un pas d'échantillonnage Δt . Le signal obtenu a la forme d'un échelon de durée limitée : il est donc multiplié par une fenêtre d'observation (une fonction porte unitaire par exemple) qui conduit à une troncature du signal. La transformée de Fourier discrète [8,13,14] d'un signal par $V(t)$ définie comme étant un spectre de raies présentant une information tous les Δf peut s'exprimer par :

$$S(n\Delta f) = \Delta t \sum V(k\Delta t) \delta(t - k\Delta t) \Pi(t) e^{-j2\pi n\Delta f k\Delta t} \quad (I.23)$$

Le calcul de la TFD du signal se fait sur un intervalle de temps fini $T = N\Delta t$ où N est le nombre d'échantillons conservé. Pour le faire, on introduit donc d'une façon systématique une convolution entre la TFD du signal et la TFD de la fenêtre qui dans le cas de la fenêtre rectangulaire est caractérisé par les lobes latéraux amples et nombreux, on peut dire que les méthodes faisant appel à une transformation de Fourier ne s'appliquent qu'à des signaux présentant des niveaux final et initial identiques. Elle engendre dans le cas des signaux en échelon des erreurs dues à leur troncature et

éventuellement à leur recouvrement suite au non-respect du critère de Nyquist qui dit que le signal $S(t)$ doit être échantillonné à une fréquence F_E au moins deux fois supérieure à la fréquence maximale F_M .

Pour remédier à ce problème de convolution, de nombreuses méthodes ont été développées. Nous citerons pour mémoire les travaux de Gans [15], de Nicolson [16] et de Samulon [17]. Nous ne rentrons pas dans les détails de ces trois méthodes mais nous allons présenter la méthode que nous avons utilisée qui est la méthode de Samulon dite encore méthode de la courbe dérivée.

1. 2. 3 Méthode de Samulon (courbe dérivée)

Soit $V(t) = V(k\Delta t)$ le signal à rendre compatible avec la transformée de Fourier. On peut définir la courbe dérivée par :

$$\Delta V(k\Delta t) = V(k\Delta t) - V[(k-1)\Delta t] \quad (I.24)$$

Dont la transformée de Fourier discrète est définie par :

$$\Delta V(\omega) = \Delta t \sum_{k=0}^N [V(k\Delta t) - V[(k-1)\Delta t]] \exp(-j\omega k\Delta t) \quad (I.25)$$

et dont les conditions aux limites sont définies par :

$$\Delta V(k\Delta t) = V(0) = 0 \quad \text{pour } k = 0$$

$$\Delta V(k\Delta t) = V_{t \rightarrow \infty} = 0 \quad \text{pour } k = N$$

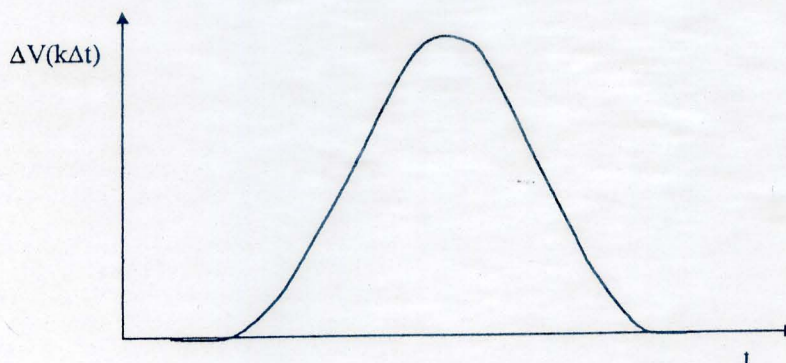


Figure 3 : signal obtenu par application de la méthode Samulon

Nous avons alors :

$$\begin{aligned} \frac{\Delta V(\omega)}{\Delta t} &= \sum_{k=0}^N V(k\Delta t) \exp(-j\omega k\Delta t) - \sum_{k=0}^N V((k-1)\Delta t) \exp(-j\omega k\Delta t) \\ &= \sum_{k=0}^N V(k\Delta t) \exp(-j\omega k\Delta t) - \exp(-j\omega\Delta t) \sum_{k=0}^N V((k-1)\Delta t) \exp(-j\omega(k-1)\Delta t) \quad (I.26) \\ &= [1 - \exp(-j\omega\Delta t)] \text{TFD}[V(t)] \end{aligned}$$

Si $S(t) = H(t)*V(t)$ et $R_{cc}(t) = H(t)*[-\delta(t-t_0)]$ sont respectivement les réponses données par la charge à caractériser et par une référence court-circuit, nous obtenons:

$$V(\omega) = -\frac{\text{TFD}[S(t)]}{\text{TFD}[R_{cc}(t)]} \quad (I.27)$$

Or quand le pas d'échantillonnage est le même pour les deux signaux, on aura :

$$V(\omega) = -\frac{\text{TFD}[\Delta S(t)]}{\text{TFD}[\Delta R_{cc}(t)]} = -\frac{[1 - \exp(-j\omega\Delta t)] \text{TFD}[W(t)]}{[1 - \exp(-j\omega\Delta t)] \text{TFD}[R_{cc}(t)]} \quad (I.28)$$

Donc pour trouver le coefficient de réflexion réel, il faut prendre le rapport de la TFD de la dérivée du signal temporel donné par l'échantillon et la TFD de la réponse de référence.

Cette méthode a comme avantages sa facilité de mise en œuvre et sa bonne dynamique des signaux transformés, ce qui permet d'éviter l'écrasement des poids faibles présentés par les fréquences les plus élevées contrairement aux autres protocoles existants (Gans, Nicolson). Mais elle présente aussi l'inconvénient d'augmenter le bruit du signal temporel. Ce ci étant en fait pas plus bruité que ceux obtenus en utilisant la méthode de Gans ou de Nicolson beaucoup plus délicates à mettre en œuvre.

Cette méthode a été utilisée dans plusieurs études en spectroscopie temporelle [1,13,14].

I. 3 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental que nous avons utilisé est constitué d'un Réflectomètre de troisième génération et d'un ordinateur Hewlett Packard HP 9000-340 [12,18,19].

I. 3. 1 Réflectomètre

L'appareillage que nous disposons est le modèle HP 54120A, cet instrument appartient à une nouvelle génération de l'oscilloscope à échantillonnage capable de mesurer un signal dans le domaine temporel avec un temps de montée de 25ps et une stabilité suffisante qui permet d'atteindre le domaine des micro-ondes. Les signaux sont visualisés sur un écran CRT (figure 4). L'ensemble des commandes est contrôlé par un microprocesseur interne.

I. 3. 2 Le générateur d'échelon

C'est un ensemble de quatre canaux sous la référence HP 54121A de Hewlett Packard. Le premier canal contient à la fois la diode utilisée comme générateur d'échelon et la tête d'échantillonnage.

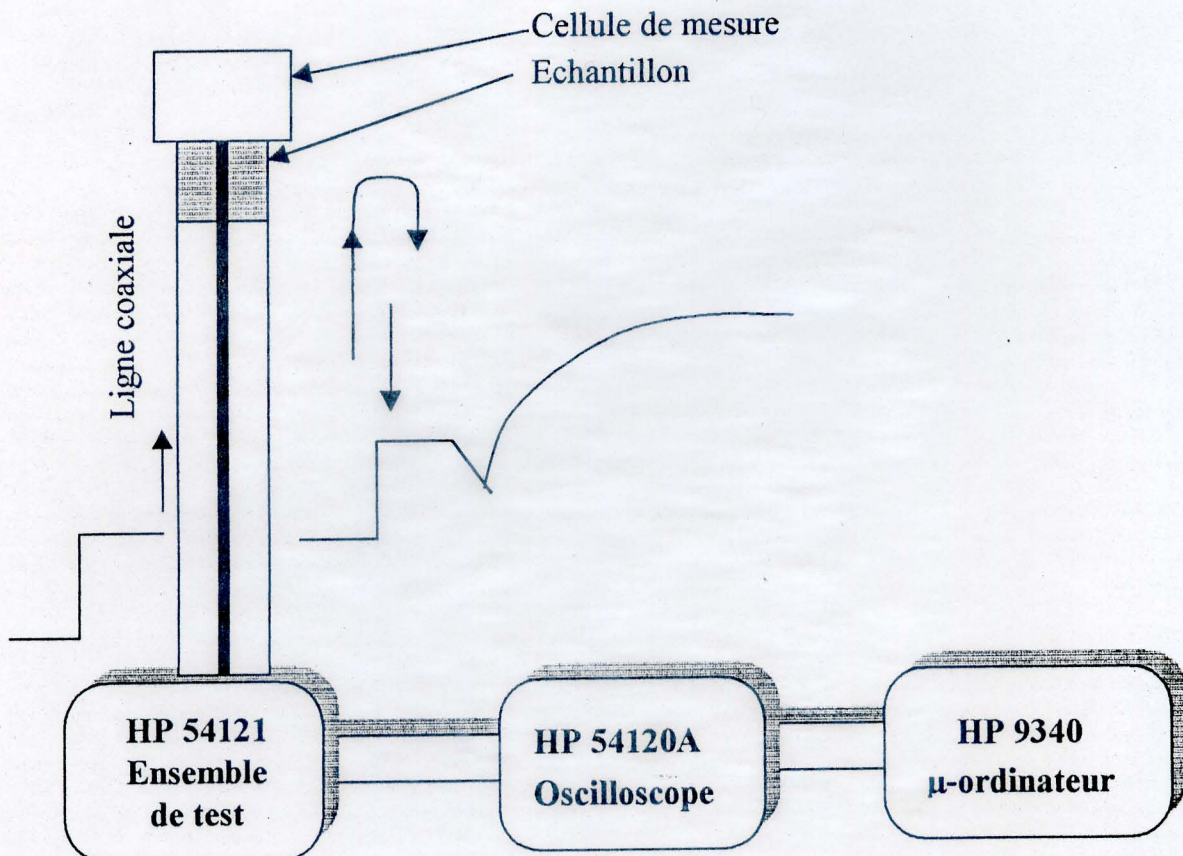


Figure 4 : Dispositif expérimental utilisé en spectroscopie temporelle

L'avantage de cette nouvelle génération de matériel est qu'elle dispose d'une diode de recouvrement (SRD) capable de générer des échelons dont les temps de

montée son de l'ordre de 28 ps, temps qui est sensiblement équivalent à celui d'une diode à effet tunnel, mais avec une bien meilleure stabilité et elle permet aussi une ouverture des portes plus rapide ce qui amène à une bande passante plus importante.

L'oscilloscope HP54120B et le générateur d'échelon HP54121A forment un analyseur de réseaux en domaine temporel de type HP54120T de bande passante de près de 18 GHz. Cet appareil est entièrement programmable ce qui permet une automatisation complète des mesures, il possède aussi quatre canaux d'entrée et la possibilité de mémoriser les informations dans différentes mémoires également programmables et qui sont au nombre de 6.

Exemple de signaux observés sur écran de l'oscilloscope.

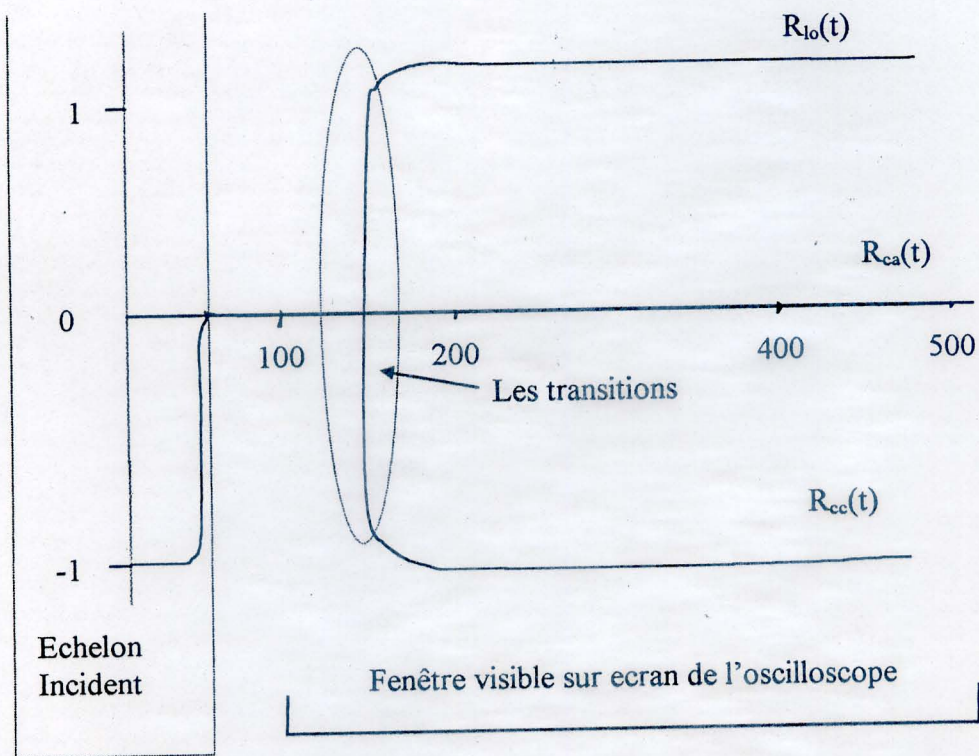


Figure 5 : Exemple de réponse temporelle

La première partie du signal correspond à l'échelon incident. La partie intéressante pour l'analyse de la nature du matériau est contenue dans la partie transitoire. Nous notons que la fenêtre d'observation temporelle correspond à la visualisation d'écran de l'oscilloscope sur l'exemple de la figure ci-dessus nous avons enregistré la réponse des signaux :

- $R_{lo}(t)$ qui correspond à la réponse d'une ligne ouverte ($R_{lo}(\omega) \cong 1$).
- $R_{ca}(t)$ qui correspond à la réponse de la ligne adaptée ($R_{ca}(\omega) \cong 0$).
- $R_{cc}(t)$ qui correspond à la réponse d'un court-circuit ($R_{cc}(\omega) \cong -1$).

Nous devons ensuite choisir, en analysant la fenêtre d'observation spectrale, à partir de quelle valeur le signal a atteint sa valeur asymptotique pour pouvoir le traiter par la méthode de la courbe dérivée. Le signal est rendu alors compatible avec un traitement de Fourier.

Chapitre II

Les méthodes utilisées en TDS

Pour faire l'étude de ces méthodes on doit faire une étude sur la réflexion et la transmission.

II. 1 Coefficients de réflexion et de transmission

On donne d'abord quelques formules de base en hyperfréquence [20,21,22].

L'impédance caractéristique Z_c d'une ligne coaxiale est définie par :

$$Z_c = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} \ln \frac{a}{b} \quad (\text{II.1})$$

Où μ_0 et ϵ_0 sont respectivement la perméabilité et la permittivité du vide :

$$\mu_0 = \frac{4\pi}{10^7} \quad \text{et} \quad \epsilon_0 = \frac{1}{36\pi 10^9} \quad (\text{II.2})$$

Et a et b sont respectivement le diamètre intérieur et extérieur de la ligne coaxiale.

En présence d'un milieu quelconque de permittivité relative ϵ et de perméabilité relative μ , l'impédance caractéristique devient.

$$Z_{cd} = \frac{V}{I} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\mu_0 \mu}{\epsilon_0 \epsilon}} \ln \frac{a}{b} = \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} Z_c \quad (\text{II.3})$$

* La constante de propagation γ s'exprime par :

$$\gamma = j \frac{\omega}{c} \sqrt{\epsilon \mu} \quad (\text{II.4})$$

Avec $c = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0 \mu_0}} = 3 \times 10^8 \text{ m/s}$ qui est la célérité de la lumière.

Nous avons utilisé dans notre étude un matériau purement diélectrique ($\mu = 1$), donc les relations (II.1) et (II.2) deviennent :

$$Z_{cd} = \frac{Z_c}{\sqrt{\epsilon}} \quad \text{et} \quad \gamma = j \frac{\omega}{c} \sqrt{\epsilon} \quad (\text{II.5})$$

Notre diélectrique est placé entre deux milieux différents (figure 1), ce qui va générer des réflexions multiples sur les deux interfaces du diélectrique.



Figure 1 : représentation de la ligne à air contenant l'échantillon

Nous obtenons des réflexions que nous schématisons comme suit :

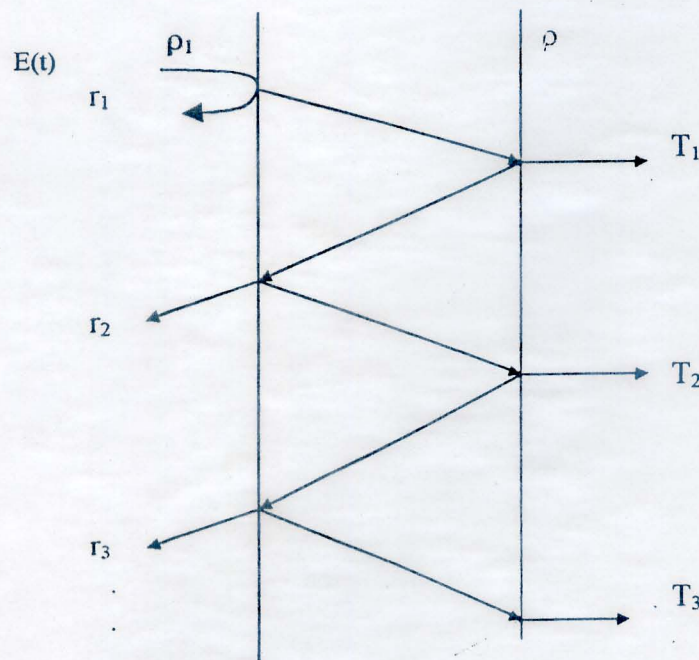


Figure 2 : Les réflexions multiples dans l'échantillon

Dans le cas général, pour avoir le signal réfléchi R et le signal transmis T, on fait la superposition des réflexions partielles et des transmissions partielles, on obtient le schéma suivant :

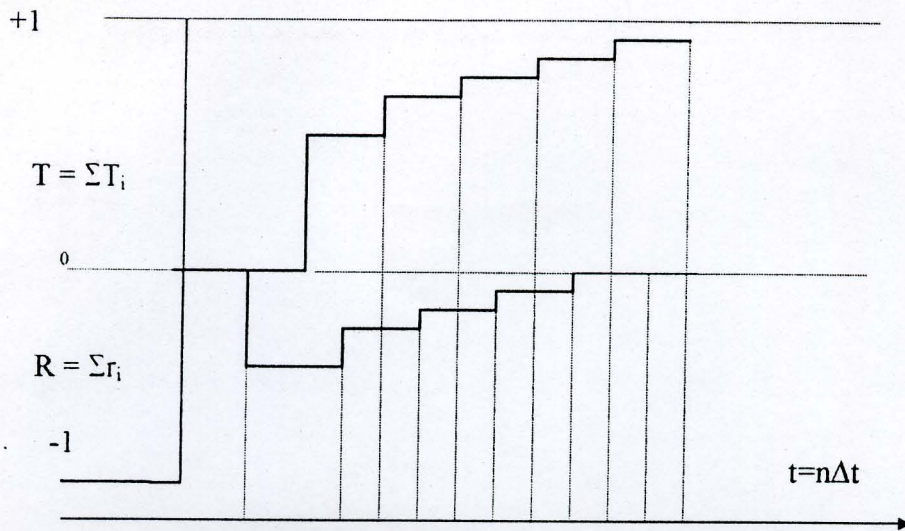


Figure 3 : Les coefficients de réflexion et de transmission temporelle

Le calcul des coefficients de réflexion et de transmission en domaine fréquentiel consiste à écrire les équations des champs au niveau des différentes interfaces, puis écrire ce coefficient en fonction des coefficients de réflexion à la première et à la deuxième interface.

Nous pouvons schématiser le problème par la figure suivante :

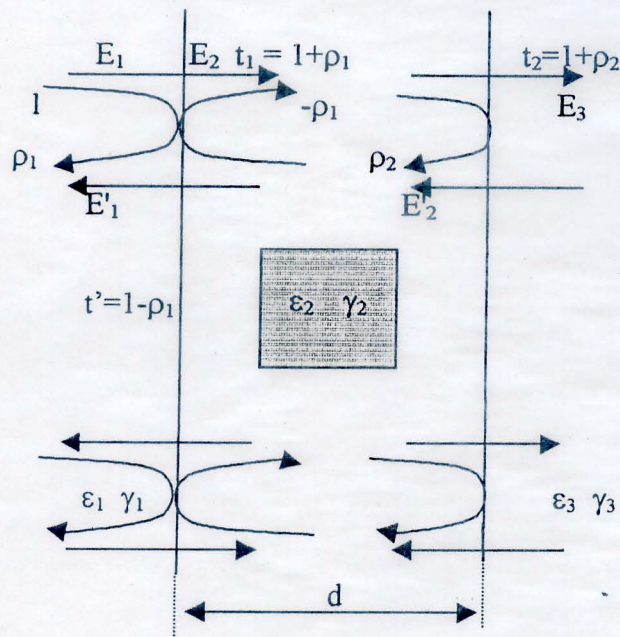


Figure 4 : représentation globale des multiréflexions dans un diélectrique

Nous définirons les grandeurs suivantes :

γ_2 : constante de propagation dans le diélectrique étudié.

E_1 : champ incident sur le premier dioptre.

E'_1 : champ total réfléchi au niveau du premier dioptre.

E_2 : champ total sur le premier dioptre à l'intérieur du diélectrique.

E'_2 : champ total réfléchi au niveau du second dioptre à l'intérieur du diélectrique.

E_3 : champ total transmis.

ρ_1 : coefficient de réflexion sur le premier dioptre.

t_1 : coefficient de transmission au niveau du premier dioptre.

ρ_2 : coefficient de réflexion sur le second dioptre.

t_2 : coefficient de transmission au niveau du second dioptre.

Nous aurons sur la première interface du côté amont :

$$\rho_1 = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \quad (\text{II.6})$$

Alors du côté aval nous aurons :

$$\rho_2 = \frac{Z_3 - Z_2}{Z_3 + Z_2} \quad (\text{II.7})$$

On peut alors établir les équations des champs suivantes :

$$\begin{aligned} E_2 &= (1 + \rho_1)E_1 - \rho_1 E'_2 \exp(-\gamma_2 d) \\ E_3 &= (1 + \rho_2)E_2 \exp(-\gamma_2 d) \\ E'_2 &= \rho_2 E_2 \exp(-\gamma_2 d) \\ E'_1 &= \rho_1 E_1 + (1 - \rho_2)E'_2 \exp(-\gamma_2 d) \end{aligned} \quad (\text{II.8})$$

Nous déduisons à partir de ce système d'équations les expressions générales du coefficient de réflexion global R et du coefficient de transmission global T :

$$R = \frac{E'_1}{E_1} = \frac{\rho_1 + \rho_2 \exp(-2\gamma d)}{1 + \rho_1 \rho_2 \exp(-2\gamma d)} \quad (\text{II.9})$$

Et

$$T = \frac{E_3}{E_1} = \frac{(1 + \rho_1)(1 + \rho_2) \exp(-2\gamma d)}{1 + \rho_1 \rho_2 \exp(-2\gamma d)} \quad (\text{II.10})$$

Ces deux relations fondamentales vont nous servir à définir les principaux protocoles expérimentaux utilisés en spectroscopie temporelle. Lors de leurs présentations nous donnerons leurs avantages et leurs inconvénients.

II. 2 Méthode 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, (figure 6). Pour rendre ceci réalisable, il faut que l'échantillon soit suffisamment long pour rejeter les réflexions d'ordre supérieur au-delà de toutes les informations portées par la première réflexion [2].

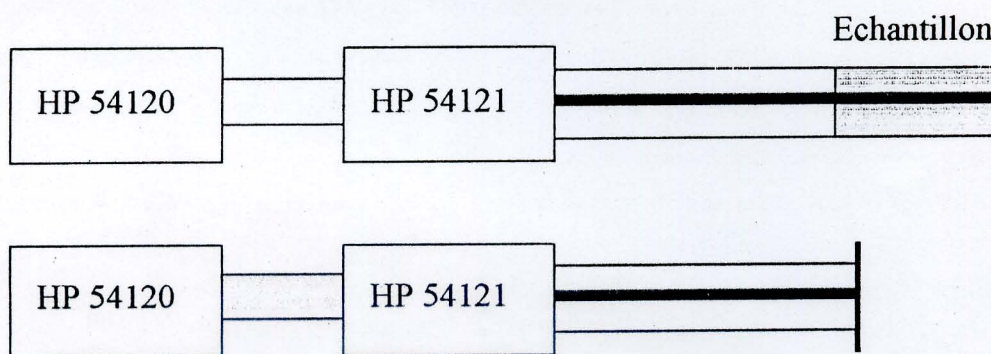


Figure 5 : Dispositif expérimental utilisé en première réflexion

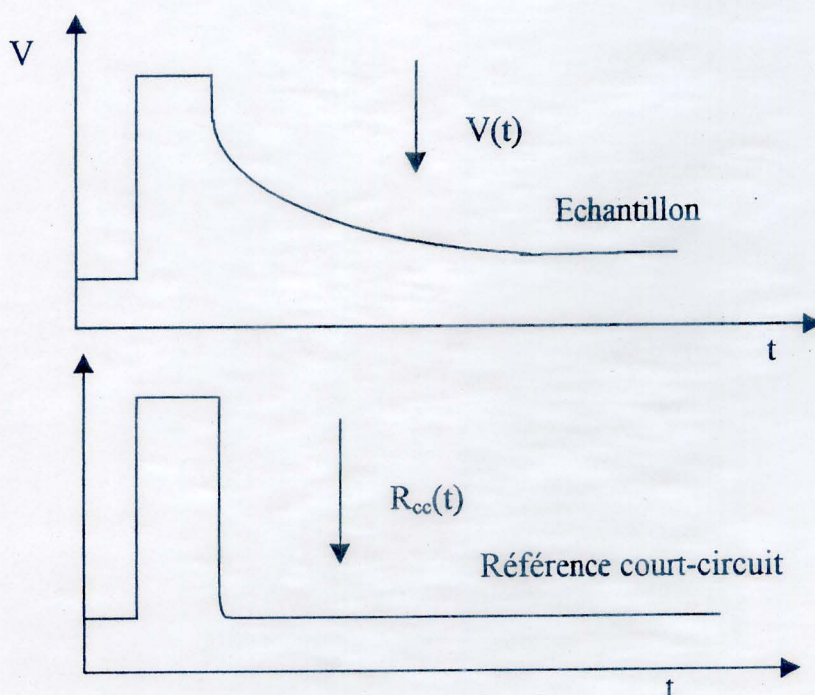


Figure 6 : Signaux incident et réfléchi dans le cas de la première réflexion

L'expérimentation se déroule en deux étapes. Nous enregistrons le signal réfléchi par l'interface air/diélectrique, puis nous mesurons le signal réfléchi par un court-circuit, celui-ci étant placé à l'endroit qu'occupait précisément la face avant du matériau.

A partir de la relation (II.6) on obtient

$$\rho_1(\omega) = R(\omega) = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \quad (\text{II.11})$$

En utilisant la relation (II.5) nous obtenons la relation suivante :

$$R(\omega) = \frac{1 - \sqrt{\varepsilon}}{1 + \sqrt{\varepsilon}} \quad (\text{II.12})$$

La permittivité ε est complexe, donc nous pouvons la noter ε^* , à partir de la relation précédente :

$$\varepsilon^* = \left(\frac{1 - R(\omega)}{1 + R(\omega)} \right)^2 \quad (\text{II.13})$$

Cette dernière expression nous montre combien il est facile d'extraire ε^* à partir du coefficient de réflexion $R(\omega)$, ce qui est un avantage considérable. Cependant elle présente des inconvénients majeurs.

Le premier inconvénient est qu'il faut impérativement que les deux signaux $V(t)$ et $R_{cc}(t)$, qui ne peuvent qu'être enregistrés successivement, aient la même origine des temps, car un décalage entre les origines des deux signaux se traduit par une erreur sur les phases.

Le second inconvénient réside dans le fait que cette méthode nécessite un échantillon de grande longueur si la permittivité est petite. Théoriquement, la longueur de l'échantillon devrait être infinie ou du moins suffisamment grand pour qu'aux temps longs le signal de première réflexion ne soit pas perturbé par les réflexions successives sur la face arrière de l'échantillon. Ceci implique l'utilisation de longues cellules ($\geq 20\text{cm}$) puisque la longueur de la fenêtre temporelle est déterminée en fonction de la longueur de la cellule.

Le troisième inconvénient est relatif aux échantillons conducteurs. Dans ce dernier cas, le signal ne cesse de croître; La méthode de première réflexion n'est alors plus appropriée et doit être remplacée par d'autres méthodes, à savoir les méthodes de réflexion multiples.

II. 2 Les méthodes à réflexions multiples

Contrairement à la méthode de la première réflexion, les méthodes à réflexions multiples permettent d'analyser la totalité des signaux réfléchis par les deux interfaces air / diélectrique et diélectrique / air. La forme du signal à analyser dépend de la nature

de la charge placée en bout de ligne porte-échantillon. Différentes méthodes ont été proposées pour décrire les signaux observés pour différents types de charges terminales :

Ligne adaptée que nous avons utilisé.

Ligne court-circuitée.

Ligne ouverte.

Il y a encore les méthodes utilisant la transition guide coaxial-guide circulaire que nous présenterons ultérieurement.

II. 2. 1 Méthode de la ligne court-circuitée

Le dispositif expérimental et les signaux correspondants à cette méthode sont schématisé sur les figures ci-dessous.

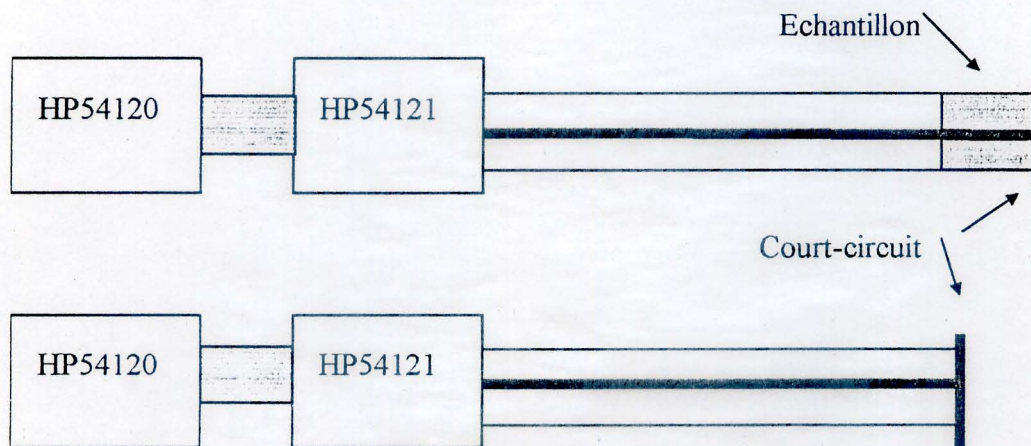


Figure 6 : Représentation du dispositif de mesure d'une ligne court-circuitée

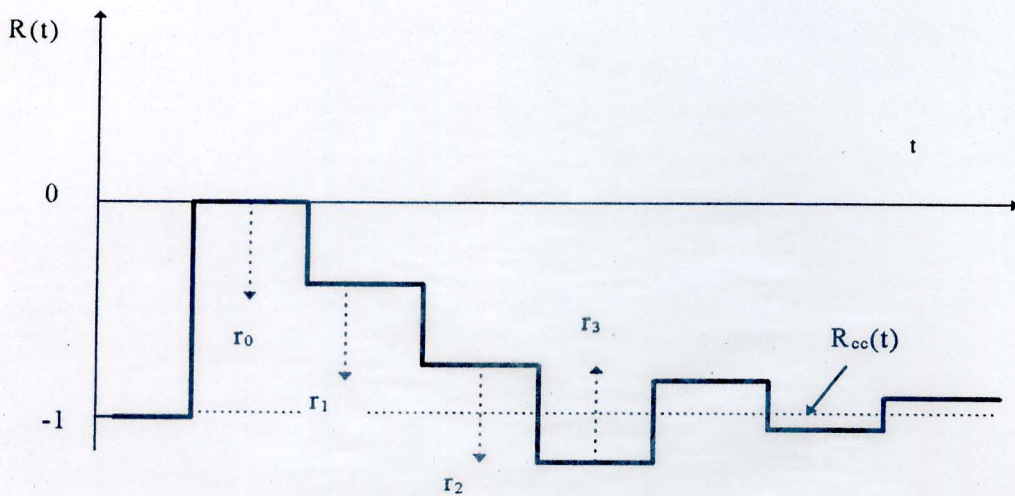
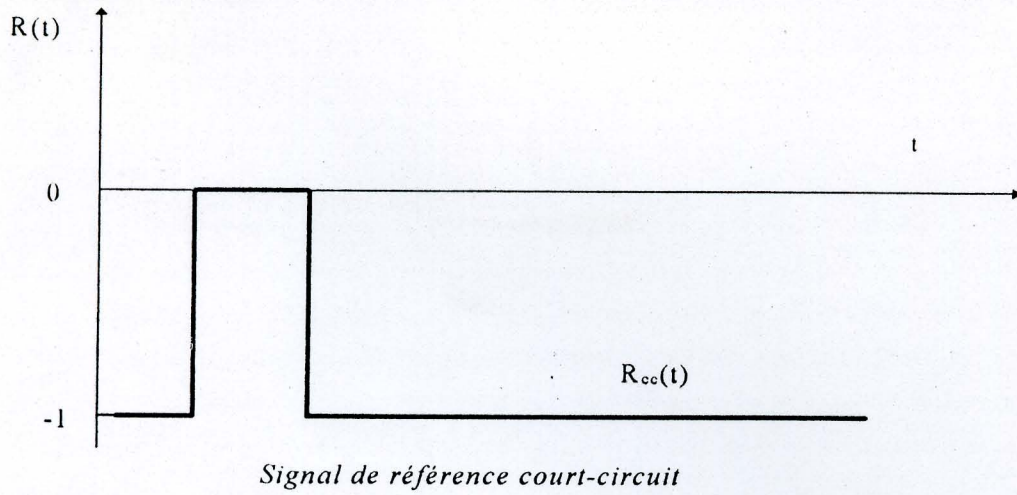


Figure 7 : Représentation des réflexions multiples

Les conditions expérimentales imposent que $\rho_2 = -1$.

Donc le coefficient de réflexion total (équation (II.9)) devient

$$R(\omega) = \frac{\rho - \exp(-2\gamma d)}{1 - \rho \exp(-2\gamma d)} \quad (\text{II.14})$$

$$\rho = \rho_1 = \frac{1 - \sqrt{\varepsilon}}{1 + \sqrt{\varepsilon}} \quad \text{et} \quad \gamma = \gamma_2 \quad (\text{II.15})$$

A partir de $R(\omega)$ nous pouvons tirer l'impédance normalisée $z(\omega)$

$$z(\omega) = \frac{1 + R(\omega)}{1 - R(\omega)} = \frac{1 + \rho}{1 - \rho} \frac{1 - \exp(-2\gamma d)}{1 + \exp(-2\gamma d)} = \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} \text{th}(\gamma d) \quad (\text{II.16})$$

En remplaçant γ par son expression donnée dans l'équation (II.5), on obtient

$$z(\omega) = \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} \left(j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon \mu} d \right) \quad (\text{II.17})$$

Donc pour calculer la permittivité ε à partir de $R(\omega)$, il faut résoudre l'équation transcendante (II.16) en utilisant les méthodes numériques [23,24].

En basse fréquence, on peut faire une approximation, $\gamma D \ll 1$, puis on fait un développement limité au premier ordre du $\text{th}(\gamma d)$ et on obtient la relation suivante.

$$z(\omega) = \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} \left(j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon \mu} d \right) = j \mu \frac{\omega}{c} d \quad (\text{II.18})$$

En conséquence, la permittivité du matériau à étudier est pratiquement impossible à déterminer en basses fréquences pour des échantillons minces, la dépendance en ε n'intervenant qu'à l'ordre supérieur. En fait, cette méthode sera principalement utilisée pour des mesures de perméabilité sur des matériaux magnétiques ou sur des matériaux de grande longueur.

Une autre difficulté inhérente à cette méthode est que l'équation à résoudre pour obtenir la permittivité à partir de $R(\omega)$ est transcendante ce qui nécessite l'utilisation d'une méthode itérative. On peut toutefois obtenir une solution simple dans le cas où on disposerait d'un échantillon avec deux épaisseurs. Les expressions des impédances sont :

$$z_1 = \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} \left(j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon \mu} d \right) \quad (\text{II.19})$$

$$z_2 = \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} \left(j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon \mu} 2d \right) \quad (\text{II.20})$$

Si on pose alors

$$p = \frac{z_1}{z_2} \quad \text{et} \quad x = \left(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\varepsilon \mu} \right) \quad (\text{II.21})$$

on obtient

$$p = \frac{1-x}{1+x} \frac{1+x^2}{1-x^2} = \frac{1+x^2}{(1+x)^2} \quad (\text{II.22})$$

soit finalement connaissant x on obtient $x_1 = \sqrt{\varepsilon \mu}$ que l'on porte dans l'expression de z_1 , et $x_2 = \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}}$ finalement :

$$\varepsilon = \frac{x_1}{x_2} \quad \text{et} \quad \mu = x_1 x_2 \quad (\text{II.23})$$

II. 2. 1 Méthode de la ligne ouverte

Le dispositif expérimental et les signaux réfléchis pour cette méthode sont schématisés sur les figures suivantes.

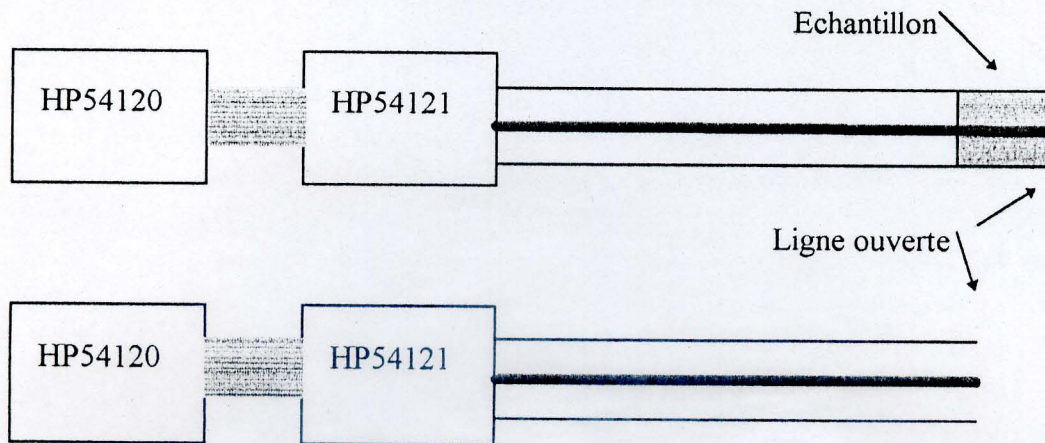


Figure 8 : Dispositif expérimental utilisé pour la ligne ouverte

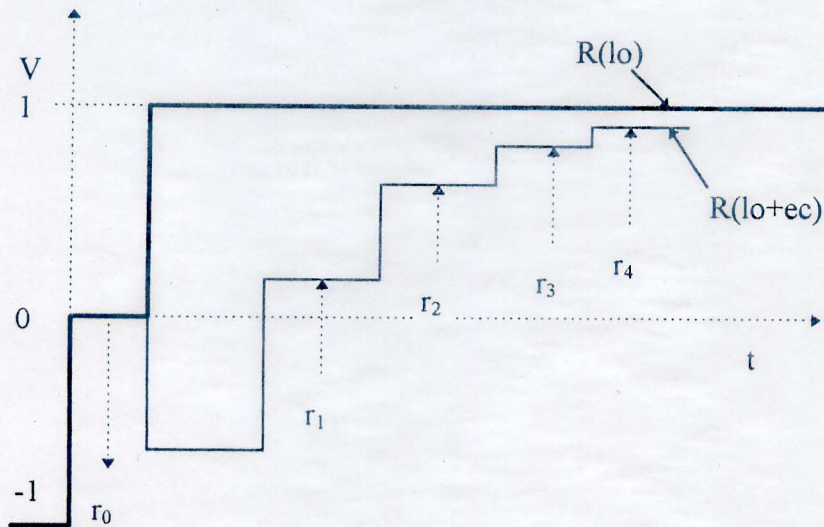


Figure 9 : Représentation des multiréflexions pour la méthode de ligne ouverte

Contrairement à la méthode précédente, les conditions expérimentales imposent que $\rho_2 = +1$ et $\rho_1 = \rho$, donc

$$R(\omega) = \frac{\rho + \exp(-2\gamma d)}{1 - \rho \exp(-2\gamma d)} \quad (\text{II.24})$$

Toujours
$$\rho = \frac{1 - \sqrt{\epsilon}}{1 + \sqrt{\epsilon}}$$

$$z(\omega) = \frac{1 + R(\omega)}{1 - R(\omega)} = \frac{1}{\sqrt{\epsilon}} \coth(\gamma d) \quad (II.25)$$

L'échantillon est placé contre une ligne ouverte, ce qui donne généralement des valeurs d'impédances z très grandes, voire infinies pour certains diélectriques ne possédant aucune conductivité. Il est donc plus commode d'exprimer l'expression précédente sous la forme d'une admittance dont la valeur sera voisine de zéro, ainsi sera plus compatible au traitement mathématique.

$$y(\omega) = \frac{1}{z(\omega)} = \frac{1 - R(\omega)}{1 + R(\omega)} = \frac{1 - \rho}{1 + \rho} \text{th}(\gamma d) \quad (II.26)$$

on sait que
$$\gamma = j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon}$$

donc y devient

$$y = \sqrt{\frac{\epsilon}{\mu}} \text{th} \left(j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon \mu} \right) \quad (II.27)$$

et si le matériau est un diélectrique pure
$$y = \sqrt{\epsilon} \text{th} \left(j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon} \right) \quad (II.28)$$

Pour trouver la permittivité ϵ du matériau, connaissant l'admittance y , il faut résoudre cette équation transcendante par une méthode itérative [23,24].

Si nous effectuons un développement limité de la tangente hyperbolique en basses fréquences, nous obtenons :

$$\begin{aligned} y &\cong \sqrt{\frac{\epsilon}{\mu}} \left(j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon \mu} \right) \\ &\cong j \frac{\omega d}{c} \epsilon \end{aligned} \quad (II.29)$$

Nous pouvons remarquer que y dépend de ϵ sur toute la bande même aux basses fréquences, contrairement à la méthode précédente.

Cette méthode est aussi intéressante pour l'étude des matériaux présentant une conductivité σ .

En présence d'une conductivité on aura :

$$\varepsilon = \varepsilon' - j \left(\varepsilon'' + \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \right) \quad (\text{II.30})$$

En remplaçant dans l'équation (II.29) on obtient :

$$\begin{aligned} y(\omega \rightarrow 0) &= j \frac{\omega}{c} d \left(\varepsilon' - j \varepsilon'' - j \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \right) \\ &= \frac{\sigma}{\varepsilon_0} \frac{d}{c} = y(t \rightarrow \infty) \end{aligned} \quad (\text{II.31})$$

$$\Rightarrow \sigma = \frac{\varepsilon_0 c}{d} \times y(t \rightarrow \infty) \quad (\text{II.32})$$

$$\text{Sachant que } y(t \rightarrow \infty) = \frac{1 - R(\omega \rightarrow 0)}{1 + R(\omega \rightarrow 0)} \quad (\text{II.33})$$

$R(\omega \rightarrow 0)$ est déterminé par le rapport $\frac{V(t \rightarrow \infty)}{V_0(t \rightarrow \infty)}$ qui est le rapport entre le signal $V(t)$ issu d'une ligne ouverte en présence de l'échantillon sur le signal $V_0(t)$ issu d'une ligne ouverte sans l'échantillon.

Cette méthode, comparée à la méthode précédente présente un inconvénient majeur inhérent à la présence des effets de bout [1,3,12] (figure 10) dont on devra tenir compte dans le calcul de y .

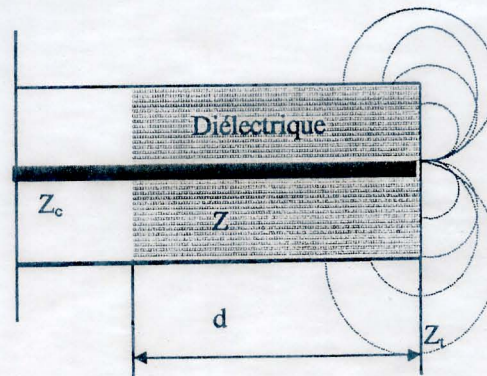


Figure 11 : Les effets de bout issus de la ligne ouverte

Dans la méthode du court-circuit ou de la ligne adaptée que nous allons détailler ultérieurement, l'impédance terminale est parfaitement connue et permet de calculer l'impédance équivalente du diélectrique vue de la première l'interface, mais dans le cas de la ligne ouverte, la terminaison est en fait le vide (ou tout au moins l'air ambiant), on serait tenté de donner à l'impédance terminale une valeur qui tend vers l'infini.

Pour un échantillon, qui possède une très forte conductivité, cela est peut-être vrai, car les lignes de champs auront un chemin préférentiel qui est alors situé dans l'échantillon. Par contre, si ce dernier n'est que faiblement conducteur (ce qui est le cas en général d'un diélectrique classique), les lignes de champs en bout de ligne vont se refermer en différents points du conducteur extérieur (masse) ; L'impédance terminale ne peut plus alors être considérée comme infinie ; la réflexion à l'interface diélectrique/impédance terminale est indéterminée, et l'impédance normalisée z permettant de calculer la permittivité ϵ , n'est plus définie. Il faut donc caractériser ces effets de bout.

Plusieurs travaux ont été développés dans ce sens (caractérisation des effets de bout) en jouant sur la configuration de la cellule de mesure utilisée et qui ont abouti à des résultats très intéressants.

Comme exemple, on prend la cellule suivante dont le conducteur extérieur est plus long que le conducteur intérieur, et si cette longueur est suffisante, les lignes de champs se referment à l'intérieur de la cellule.

La cellule est constituée de façon habituelle, le conducteur central est simplement raccourci d'une longueur L , plus grande que la distance l , entre l'extrémité de celui-ci et le plan limitant la propagation :

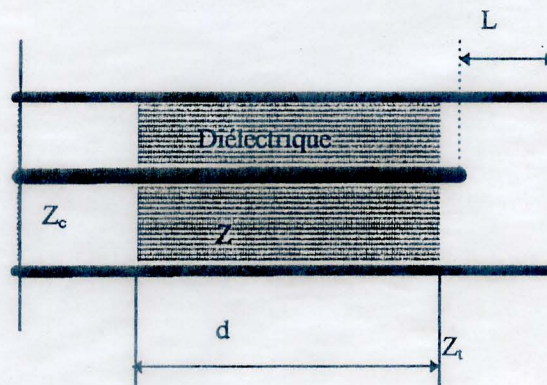


Figure 12 : Configuration permettant d'éviter les effets de bout

Il existe d'autres configurations de cellules qui ont été étudiées dans des travaux précédents.

II. 2. 3 Méthode de la ligne adaptée

Cette disposition a été retenue pour effectuer nos mesures sur les matériaux que nous avons préparés.

Dans ce cas, le matériau est placé dans une ligne à air terminée par son impédance caractéristique ($z_0 = 50\Omega$), donc l'onde transmise à travers l'échantillon ne pourra revenir sur celui-ci.

La figure suivante donne la configuration expérimentale adoptée.

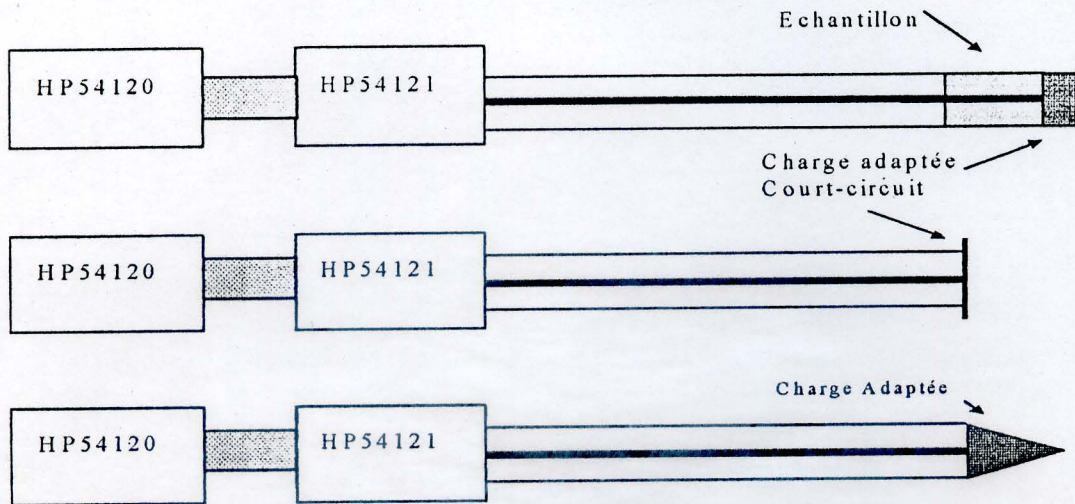


Figure 13 : Représentation du dispositif de mesure d'une ligne adaptée

Les signaux correspondants sont schématisés ci-dessous, en utilisant des courbes réelles obtenues au laboratoire de TDS.

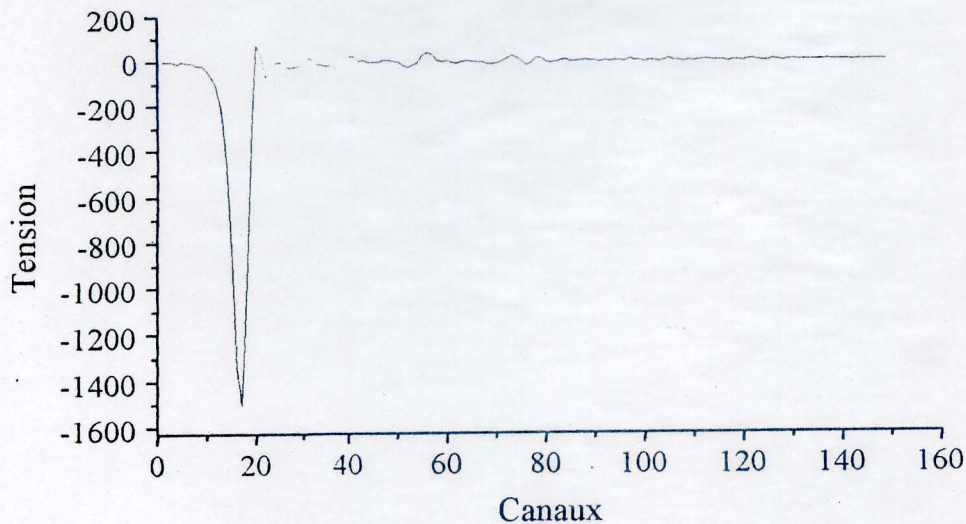


Figure 14 a : Représentation des réflexions multiples pour un échantillon en polyester pur, en prenant uniquement la partie utile du signal

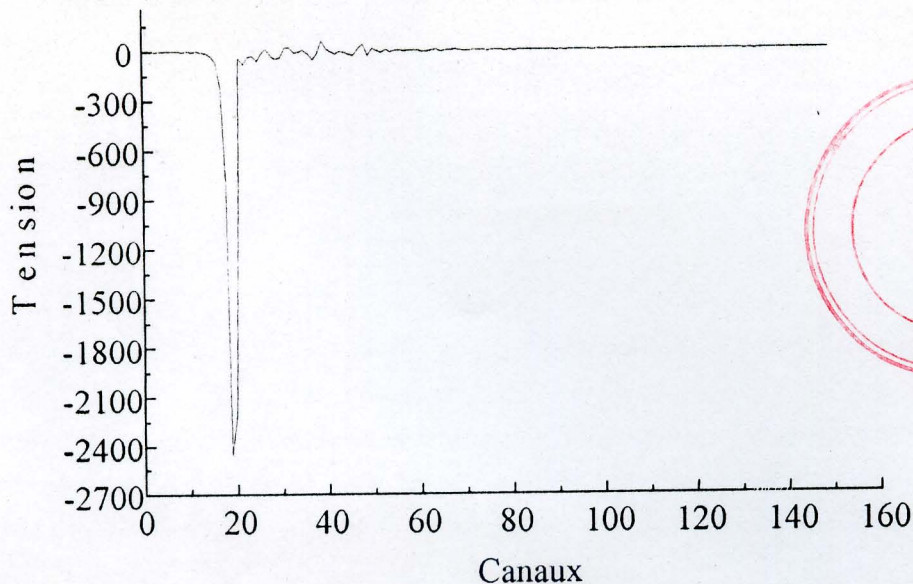


Figure 14b : Représentation des réflexions multiples pour un échantillon en Polyester chargé avec du Titanate de Baryum à 50% de chacun, en prenant uniquement la partie utile

Les conditions expérimentales imposent que :

$$\rho_1 = \rho = \frac{1 - \sqrt{\epsilon}}{1 + \sqrt{\epsilon}} \quad (\text{II.34})$$

$$\rho_2 = -\rho = \frac{\sqrt{\epsilon} - 1}{\sqrt{\epsilon} + 1} \quad (\text{II.35})$$

on peut porter ces deux dernières expressions dans l'expression (II.9), on obtient

$$R = \frac{\rho(1 - \exp(-2\gamma d))}{1 - \rho^2 \exp(-2\gamma d)} \quad (\text{II.36})$$

On déduit l'admittance y au niveau de la première interface.

$$y = \frac{1}{z} = \frac{1 - R}{1 + R} = \frac{1 - \rho}{1 + \rho} \times \frac{1 + \rho \exp(-2\gamma d)}{1 - \rho \exp(-2\gamma d)} \quad (\text{II.37})$$

Dans le cas général où le matériau présente une perméabilité non nulle, il vient.

$$y = \sqrt{\frac{\epsilon}{\mu}} \frac{\sqrt{\mu} + \sqrt{\epsilon} + (\sqrt{\mu} - \sqrt{\epsilon}) \exp(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon \mu})}{\sqrt{\mu} - \sqrt{\epsilon} - (\sqrt{\mu} - \sqrt{\epsilon}) \exp(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\epsilon \mu})} \quad (\text{II.38})$$

En développant cette équation on obtient.

$$y = \frac{\sqrt{\frac{\varepsilon}{\mu}} \left(\sqrt{\mu} \left(1 + \exp\left(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\varepsilon \mu}\right) \right) + \sqrt{\varepsilon} \left(1 - \exp\left(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\varepsilon \mu}\right) \right) \right)}{\sqrt{\mu} \left(\sqrt{\mu} \left(1 - \exp\left(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\varepsilon \mu}\right) \right) + \sqrt{\varepsilon} \left(1 + \exp\left(-2j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\varepsilon \mu}\right) \right) \right)} \quad (\text{II.39})$$

en faisant intervenir la tangente hyperbolique, on obtient :

$$y = \frac{\sqrt{\frac{\varepsilon}{\mu}} \left(1 + \sqrt{\frac{\varepsilon}{\mu}} \operatorname{th}\left(j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\varepsilon \mu}\right) \right)}{\operatorname{th}\left(j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\varepsilon \mu}\right) + \sqrt{\frac{\varepsilon}{\mu}}} \quad (\text{II.40})$$

Dans le cas d'un matériau diélectrique sans perméabilité, ce qui est notre cas (polymère chargé avec le titanate de Baryum et le titanate de strontium, y devient

$$y = \sqrt{\varepsilon} \frac{1 + \sqrt{\varepsilon} \operatorname{th}\left(j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\varepsilon}\right)}{\operatorname{th}\left(j \frac{\omega}{c} d \sqrt{\varepsilon}\right) + \sqrt{\varepsilon}} \quad (\text{II.41})$$

Cette équation est une équation transcendante n'admettant pas de solution analogique, on utilise le logiciel MATLAB[25] pour la résoudre.

Pour ce faire on doit écrire cette équation sous forme d'un système de deux équations (partie réelle et partie imaginaire).

On pose $\sqrt{\varepsilon} = x + jy$

$$Y_{\pm} = (x + jy) \times \frac{1 + (x + jy) \operatorname{th}\left(j \frac{\omega d}{c} x - \frac{\omega d}{c} y\right)}{\operatorname{th}\left(j \frac{\omega d}{c} x - \frac{\omega d}{c} y\right) + (x + jy)} \quad (\text{II.42})$$

Sachant que :

$$\begin{aligned} \operatorname{th}\left(j \frac{\omega d}{c} x - \frac{\omega d}{c} y\right) &= \frac{\exp\left(j \frac{\omega d}{c} x - \frac{\omega d}{c} y\right) - \exp\left(-j \frac{\omega d}{c} x + \frac{\omega d}{c} y\right)}{\exp\left(j \frac{\omega d}{c} x - \frac{\omega d}{c} y\right) + \exp\left(-j \frac{\omega d}{c} x + \frac{\omega d}{c} y\right)} \\ &= \frac{\cos\left(\frac{\omega d}{c} x\right) \left(\exp\left(-\frac{\omega d}{c} y\right) - \exp\left(\frac{\omega d}{c} y\right) \right) + j \sin\left(\frac{\omega d}{c} x\right) \left(\exp\left(-\frac{\omega d}{c} y\right) + \exp\left(\frac{\omega d}{c} y\right) \right)}{\cos\left(\frac{\omega d}{c} x\right) \left(\exp\left(-\frac{\omega d}{c} y\right) + \exp\left(\frac{\omega d}{c} y\right) \right) + j \sin\left(\frac{\omega d}{c} x\right) \left(\exp\left(-\frac{\omega d}{c} y\right) - \exp\left(\frac{\omega d}{c} y\right) \right)} \end{aligned}$$

Cette équation peut être écrite sous la forme suivante

$$\text{th}\left(j\frac{\omega d}{c}x - \frac{\omega d}{c}y\right) = A + jB$$

donc l'équation (II.42) devient :

$$\begin{aligned} Y_m &= RY + jIY = \frac{1 + (x + jy)(A + jB)}{(A + jB) + (x + jy)} \\ &= \frac{1 + (xA - yB) + j(xB + yA)}{(A + x) + j(B + y)} \\ &= \frac{(1 + xA - yB)(A + x) - (xB + yA)(B + y)}{(A + x)^2 - (B + y)^2} + j \frac{(1 + xA - yB)(B + y) + (xB + yA)(A + x)}{(A + x)^2 - (B + y)^2} \end{aligned} \quad (\text{II.43})$$

Donc on obtient le système d'équations suivant :

$$\begin{cases} RY = \frac{(1 + xA - yB)(A + x) - (xB + yA)(B + y)}{(A + x)^2 - (B + y)^2} \\ IY = \frac{(1 + xA - yB)(B + y) + (xB + yA)(A + x)}{(A + x)^2 - (B + y)^2} \end{cases}$$

Sachant que RY et IY doivent être calculés préalablement à partir du coefficient de réflexion global.

On peut aussi effectuer un développement asymptotique aux temps longs en considérant que la quantité γd est très faible ($\gamma d \ll 1$), nous obtenons pour $t \rightarrow \infty$, ($\omega \rightarrow 0$).

$$\exp(-2\gamma d) = 1 - 2\gamma d$$

Dans ces conditions, le coefficient de réflexion devient :

$$\begin{aligned} R(\omega \rightarrow 0) &= \frac{2\rho\gamma d}{1 - \rho^2 + 2\rho^2\gamma d} \\ R(\omega \rightarrow 0) &= \frac{(1 - \varepsilon)2j\frac{\omega}{c}d\sqrt{\varepsilon}}{4\sqrt{\varepsilon} + (1 - \sqrt{\varepsilon})^2 2j\frac{\omega}{c}d\sqrt{\varepsilon}} = \frac{(1 - \varepsilon)j\frac{\omega}{c}d}{2 + (1 - \sqrt{\varepsilon})^2 j\frac{\omega}{c}d} \end{aligned} \quad (\text{II.44})$$

Nous avons choisit d'appliquer cette méthode parce qu'elle présente deux avantages importants :

- 1- La possibilité de calculer facilement la conductivité du matériau. Sachant que la permittivité d'un matériau présentant une conductivité s'écrit comme suit :

$$\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon'' - j \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0}$$

En remplaçant dans l'équation (II.44) on obtient :

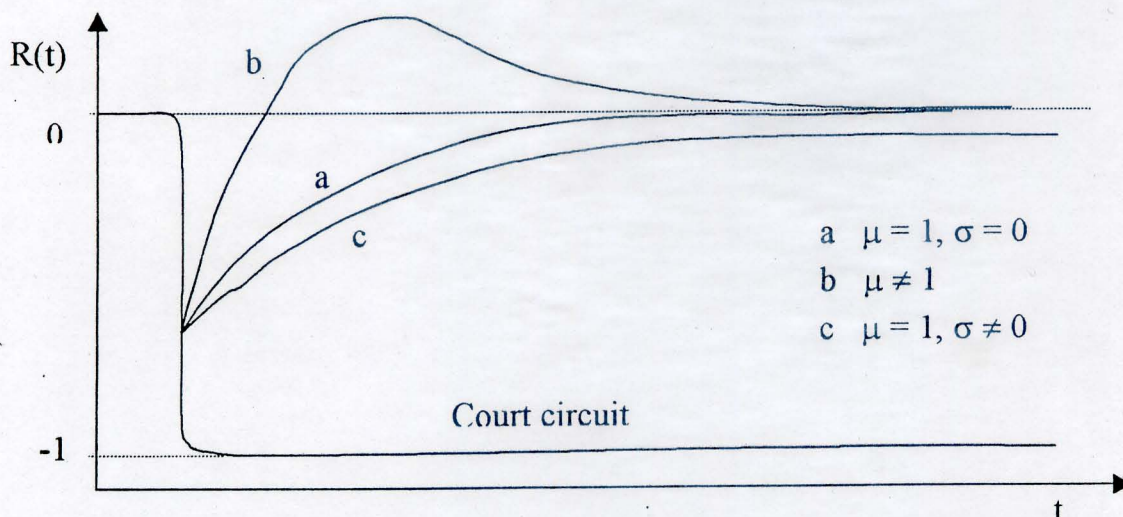
$$R(\omega \rightarrow 0) = \frac{\left(1 - \varepsilon' + \varepsilon'' + j \frac{\sigma}{\varepsilon_0 \omega}\right) j \frac{\omega}{c} d}{2 + \left(1 - \sqrt{\varepsilon' - \varepsilon'' - j \frac{\sigma}{\varepsilon_0 \omega}}\right)^2 j \frac{\omega}{c} d}$$

pour $\omega = 0$ on obtient :
$$R(\omega \rightarrow 0) = \frac{\frac{\sigma}{c \varepsilon_0} d}{2 + \frac{\sigma}{c \varepsilon_0} d}$$

qui conduit à :
$$\frac{\sigma}{\varepsilon_0} = -\frac{c}{d} \frac{2R(\omega=0)}{1+R(\omega=0)} = -\frac{c}{d} \frac{2R(t \rightarrow \infty)}{1+R(t \rightarrow \infty)}$$

donc on peut obtenir facilement la conductivité du matériau à partir de la valeur asymptotique de $R(t)$.

- 2- La possibilité de définir, par simple observation du signal temporel, la nature du type de matériau que l'on veut étudier.



Représentation schématique des différentes réponses temporelles en ligne adaptée en fonction des caractéristiques électromagnétiques du matériau

II. 4 Méthodes utilisant la transition guide coaxial / guide cylindrique [3,4][27 à 45]

On peut considérer cette méthode comme une nouvelle configuration de la méthode de la ligne ouverte, en plaçant l'échantillon dans une cellule cylindrique [3,4] (figure(15)).

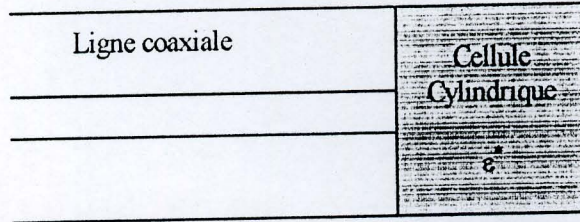


Figure 15 : Cellule de mesure

Le dispositif expérimental reste cependant le même.

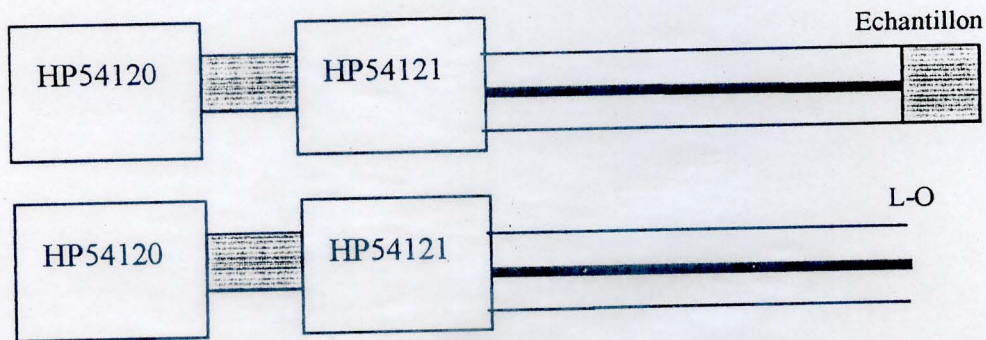


Figure 16 : Dispositif expérimental

Cette méthode a déjà été utilisée pour étudier le comportement diélectrique de différents liquides en utilisant la même démarche que celle de la ligne ouverte classique.

$$R = \frac{\rho + \exp(-2\gamma d)}{1 + \rho \exp(-2\gamma d)}, \gamma = \frac{j\omega\sqrt{\epsilon}}{c} \tag{II.45}$$

$$y = \frac{1 - R}{1 + R} = \sqrt{\epsilon} \text{th}(\gamma d) = \sqrt{\epsilon} \text{th}\left(j\frac{\omega}{c} \sqrt{\epsilon} d\right) \tag{II.46}$$

Qui est une équation transcendante, pour la résoudre ils ont utilisé les méthodes numériques comme une ligne ouverte classique. Mais en fait l'expression (II.46) traduit une propagation dans le milieu (avec réflexions multiples), ce qui n'est pas valable dans la mesure où nous travaillons dans la bande 100 MHz → 10 GHz et nous

utilisons une cellule APC 7mm, donc tous les modes qui se propagent sont au-delà de 10 GHz suivant les relations suivantes [22] :

$$f_{cmm} = \frac{c}{2\pi n} \frac{X'_{mn}}{a} \quad (II.47)$$

$$f_{cpq} = \frac{c}{2\pi n} \frac{X_{pq}}{a} \quad (II.48)$$



Tel que x_{pq} et x'_{mn} respectivement les racines des fonctions de Bessel de première espèce et de leurs dérivées.

Cependant bien que les résultats obtenus soient satisfaisants, mais son utilisation reste discutable ce qui nous a poussés à voir le problème d'une autre manière, en faisant une analyse des ondes à l'interface coaxiale/circulaire.

II. 4. 1 Formulation du problème

La cellule formée d'un guide d'onde circulaire ouvert à son extrémité (figure 17) est supposée remplie d'un matériau homogène isotrope, et non magnétique présentant des pertes ($\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$). Alors que le guide d'onde coaxiale de grande longueur devant les dimensions transversales est remplie d'air et propage le seul mode TEM. Cette onde donne naissance à une infinité de modes TM_{0m} de chaque côté du plan de la discontinuité.

Pour faire l'analyse de cette méthode, nous l'avons divisé en deux régions A et B (figure 17)

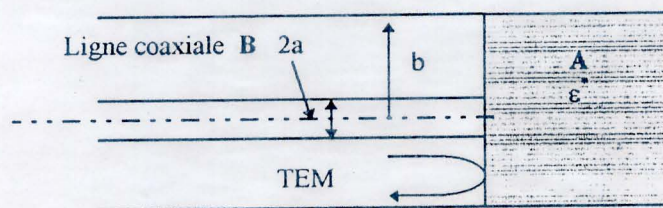
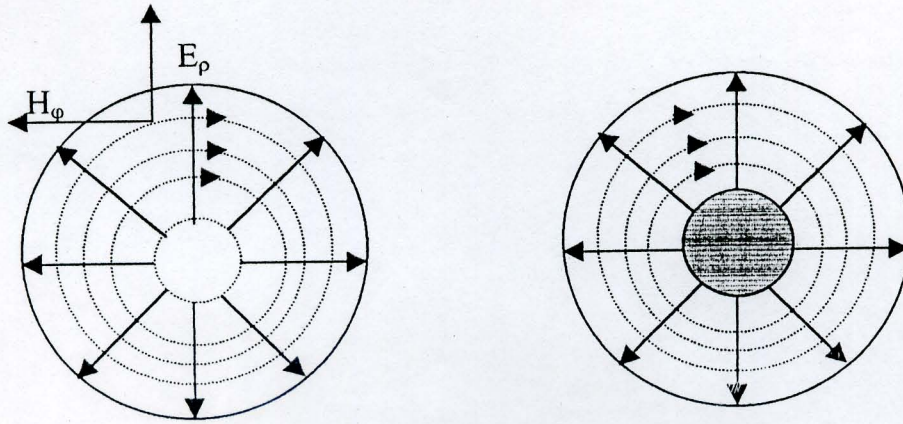


Figure 17 : Schématisation de la cellule de mesure

Dans la ligne coaxiale c'est le mode TEM qui se propage, à l'interface nous aurons dans le coté cylindrique l'apparition des modes TM_{0m} évanescents.

Comme les champs transversaux sont continus à l'interface, les modes évanescents TM_{0m} sont présents dans la région A.

Les modes $TM_{on(m)}$ ont la même configuration que le mode TEM (figure 18), c'est pourquoi il y a une continuité de ces deux modes au niveau de l'interface. Contrairement aux modes TE qui ont une configuration différente, pour cela ils sont exclus des équations.



Guide cylindrique. Mode TM_{01}

Ligne coaxiale

Figure 18 : Lignes de champs dans un guide cylindrique et coaxial

Au niveau de la transition, du côté coaxiale (A)

les champs E_z , E_r et H_ϕ s'expriment par

$$E_{zA} = \sum_{m=1}^{\infty} A_m \frac{k_{Am}}{\gamma_{Am}} Z_0(k_{Am}r) \exp(-\gamma_{Am}z) \tag{II.49}$$

$$E_{rA} = \frac{1}{r} A_0 [\exp(jk_0z) + \rho \exp(-jk_0z)] + \sum_{m=1}^{\infty} A_m Z_1(k_{Am}r) \exp(-\gamma_{Am}z) \tag{II.50}$$

$$H_{\phi A} = \frac{1}{r} y_{A0} A_0 [\exp(jk_0z) - \rho \exp(-jk_0z)] \tag{II.51}$$

Alors que dans le côté cylindrique (B), les champs s'expriment par :

$$E_{zB} = \sum_{n=1}^{\infty} B_n \frac{k_{Bn}}{\gamma_{Bn}} J_0(k_{Bn}r) \exp(-\gamma_{Bn}z) \tag{II.52}$$

$$E_{rB} = \sum_{n=1}^{\infty} B_n J_1(k_{Bn}r) \exp(\gamma_{Bn}z) \tag{II.53}$$

$$H_{\varphi B} = \sum_{n=1}^{\infty} B_n y_{Bn} J_1(k_{Bn} r) \exp(\gamma_{Bn} z) \quad (\text{II.54})$$

Où ρ est le coefficient de réflexion au niveau de la transition.

$$y_{A0} = -\sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}, \quad y_{Am} = j \frac{\omega \epsilon_0}{\gamma_{Am}}, \quad (\text{II.55})$$

$$\gamma_{Am} = k_{Am} \sqrt{1 - \left(\frac{k_0}{k_{Am}}\right)^2} \quad (\text{II.56})$$

$$\gamma_{Bn} = k_{Bn} \sqrt{1 - \left(\frac{k_0 \sqrt{\epsilon^*}}{k_{Bn}}\right)^2} \quad \text{et} \quad \epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (\text{II.57})$$

$k_0 = \frac{\omega}{c} = \omega \sqrt{\epsilon_0 \mu_0}$: constante de propagation de l'air.

Dans les équations précédentes, Z_0 et Z_1 représentent respectivement, les combinaisons des fonctions de Bessel de première et de seconde espèce avec [47,48] :

$$\begin{aligned} Z_1(k_{Am} r) &= J_1(k_{Am} r) + G_{Am} N_1(k_{Am} r) \\ \text{où } G_{Am} &= -\frac{J_0(k_{Am} a)}{N_0(k_{Am} a)} = -\frac{J_0(k_{Am} b)}{N_0(k_{Am} b)} \end{aligned} \quad (\text{II.58})$$

Les coefficients k_{Am} et k_{Bn} sont des constantes déterminées par les conditions aux limites.

$$J_0[k_{Bn} a] = 0 \quad \text{dans le guide cylindrique et}$$

$$Z_0[k_{Am} a] = Z_0[k_{Am} b] = 0 \quad \text{dans le guide coaxial.}$$

Les conditions de continuité des champs pour $z=0$ sont :

$$E_{rB} = 0 \quad \text{pour} \quad 0 < r < b \quad \text{et}$$

$$E_{rA} = E_{rB},$$

$$H_{\varphi B} = H_{\varphi A} \quad \text{pour} \quad b < r < a, \quad \text{il vient.}$$

Il vient

$$\sum_{n=1}^{\infty} B_n J_1(k_{Bn} r) = \frac{1}{r} A_0 (1 + \rho) + \sum_{m=1}^{\infty} A_m Z_1(k_{Am} r) \quad (\text{II.59})$$

$$\sum_{n=1}^{\infty} B_n y_{Bn} J_1(k_{Bn} r) = \frac{1}{r} y_{A0} A_0 (1-\rho) + \sum_{m=1}^{\infty} A_m y_{Am} Z_1(k_{Am} r) \quad (II.60)$$

Ces relations peuvent s'écrire sous la forme :

$$\sum_{n=1}^{\infty} \frac{B_n r J_1(k_{Bn} r)}{A_0 (1+\rho)} = 1 + \sum_{m=1}^{\infty} \frac{A_m r}{A_0 (1+\rho)} Z_1(k_{Am} r) \quad (II.61)$$

$$\sum_{n=1}^{\infty} \frac{B_n r}{A_0 (1-\rho)} \frac{Y_{Bn}}{Y_{A0}} j_1(K_{Bn} r) = 1 + \sum_{m=1}^{\infty} \frac{A_m r}{A_0 (1-\rho)} \frac{Y_{Am}}{Y_{A0}} Z_1(K_{Am} r) \quad (II.62)$$

Ces relations constituent un système d'équations pour le résoudre, nous utilisons les propriétés d'orthogonalité des équations de Bessel. Et nous appliquons les conditions aux limites décrites précédemment.

Après un certain traitement mathématique [10,11][29,30] on aboutira à la formule suivante.

$$\frac{A_m}{A_0 (1-\rho)} \frac{Y_{Am}}{Y_{A0}} [a^2 Z_1^2(K_{Am} a) - b^2 Z_1^2(K_{Am} b)] = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{B_n}{A_0 (1-\rho)} \frac{Y_{Bn}}{Y_{A0}} \left(-b K_{Bn} \frac{Z_1(K_{Am} b) J_0(K_{Bn} b)}{K_{Am}^2 - K_{Bn}^2} \right) \quad (II.63)$$

II. 4. 2 Problème direct

Nous appellerons problème direct le calcul de l'admittance normalisée $y = \frac{y_d}{y_0}$,

où y_d est l'admittance à l'interface, pour cela nous intégrons l'équation (II.60) du champ H_φ sur l'intervalle $b < r < a$.

$$\int_b^a \sum_{n=1}^{\infty} B_n y_{Bn} J_1(k_{Bn} r) dr = \int_b^a \frac{1}{r} y_{A0} A_0 (1-\rho) dr + \int_b^a \sum_{m=1}^{\infty} A_m y_{Am} Z_1(k_{Am} r) dr \quad (II.64)$$

Le premier membre donne

$$\int_b^a \sum_{n=1}^{\infty} B_n Y_{Bn} J_1(K_{Bn} r) dr = \sum_{n=1}^{\infty} B_n \frac{Y_{Bn}}{K_{Bn}} J_0(K_{Bn} b) \quad (II.65)$$

Le second membre du premier terme donne :

$$\int_b^a \frac{1}{r} Y_{A0} A_0 (1-\rho) dr = Y_{A0} A_0 (1-\rho) \ln \frac{a}{b} \quad (II.66)$$

Nous avons pour le deuxième terme, d'après les conditions aux limites

$$\int_b^a \sum_{m=1}^{\infty} A_m Y_{A_m} Z_1(K_{A_m} r) dr = \sum_{m=1}^{\infty} A_m \frac{Y_{A_m}}{K_{A_m}} [Z_0(K_{A_m} a) - Z_0(K_{A_m} b)] = 0 \quad (\text{II.67})$$

compte tenu que $Z = \frac{1}{Y} = \frac{1+\rho}{1-\rho}$

il vient :

$$Y = \frac{1}{\ln \frac{a}{b}} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{B_n}{A_0 k_{B_n} (1+\rho)} \frac{y_{B_n}}{y_{A_0}} J_0(k_{B_n} b) \quad (\text{II.68})$$

Dans toutes ces équations B_n , A_m et A_0 sont des inconnus que nous essayons d'éliminer durant le calcul de Y . Pour cela nous posons :

$B_n = B(n)$ et $A_m = A(m)$ on obtient :

l'expression (II.63), devient :

$$\frac{B(n)}{k_B(n) A_0 (1+\rho)} = \frac{2J_0(k_B(n)b)}{k_B^2(n) a^2 J_1^2(k_B(n)a)} \times \left[1 - b \sum_{m=1}^{\infty} \frac{A(m)}{A_0 (1+\rho)} \frac{Z_1(k_A(m)b)}{\frac{k_A^2(m)}{k_B^2(n)} - 1} \right] \quad (\text{II.69})$$

$$\frac{A(m)}{A_0 (1-\rho)} \frac{y_A(m)}{y_{A_0}} \frac{[a^2 Z_1^2(k_A(m)a) - b^2 Z_1^2(k_A(m)b)]}{2} = -b \sum_{n=1}^{\infty} \frac{B(n)}{A_0 (1-\rho) k_B(n)} \frac{y_B(n)}{y_{A_0}} \frac{Z_1(k_A(m)b) J_0(k_B(n)b)}{\frac{k_A^2(m)}{k_B^2(n)} - 1} \quad (\text{II.70})$$

si on pose :

$$\beta(j) = \frac{B(j)}{A_0 k_B(j) (1+\rho)} \quad \text{et} \quad \alpha(i) = \frac{A(i)}{A_0 (1-\rho)} \quad (\text{II.71})$$

$$\gamma(j) = \frac{2J_0(k_B(j)b)}{k_B^2(j)a^2J_1^2(k_B(j)a)} \quad (\text{II.72})$$

$$b(j,i) = \gamma(j)b \frac{Z_1[k_A(i)b]}{\left(\frac{k_A(i)}{k_B(j)}\right)^2 - 1} \quad (\text{II.73})$$

de l'équation (II.69) nous pouvons écrire :

$$\alpha(i) = \frac{y_{A0}}{y_A(i)} \frac{-2b}{a^2Z_1^2[k_A(i)a] - b^2Z_1^2[k_A(i)b]} \sum_{k=1}^{\infty} \beta(k) \frac{y_B(k)}{y_{A0}} \frac{Z_1[k_A(i)b]J_0[k_B(k)b]}{\left(\frac{k_A(i)}{k_B(k)}\right)^2 - 1} \quad (\text{II.74})$$

et l'expression (II.70) devient :

$$a(i,k) = \frac{y_{A0}(k)}{y_{A0}} \frac{-2b}{a^2Z_1^2[k_A(i)a] - b^2Z_1^2[k_A(i)b]} \times \frac{Z_1[k_A(i)b]J_0[k_B(k)b]}{\left(\frac{k_A(i)}{k_B(k)}\right)^2 - 1} \quad (\text{II.75})$$

à partir de (II.71), (II.74) et (II.75) il vient

$$\alpha(i) = \sum_{k=1}^{\infty} a(i,k)\beta(k) \quad (\text{II.76})$$

De (II.69) nous pouvons écrire.

$$\gamma(j) = \beta(j) + \sum_{k=1}^{\infty} b(j,i)a(i) = \beta(j) + \sum_{i=1}^{\infty} b(j,i) \sum_{k=1}^{\infty} a(i,k)\beta(k) \quad (\text{II.77})$$

si nous posons :

$$\delta(j,k) = \sum_{i=1}^{\infty} b(j,i)a(i,k) \quad (\text{II.78})$$

L'expression (II.77) devient :

$$\gamma(j) = \beta(j) + \sum_{k=1}^{\infty} \delta(j,k)\beta(k) = \sum_{k=1}^{\infty} \delta_1(j,k)\beta(k) \quad (\text{II.79})$$

$$\gamma(j) = \frac{2J_0(k_B(j)b)}{k_B^2(j)a^2J_1^2(k_B(j)a)} \quad (\text{II.72})$$

$$b(j,i) = \gamma(j)b \frac{Z_1[k_A(i)b]}{\left(\frac{k_A(i)}{k_B(j)}\right)^2 - 1} \quad (\text{II.73})$$

de l'équation (II.69) nous pouvons écrire :

$$\alpha(i) = \frac{y_{A0}}{y_A(i)} \frac{-2b}{a^2Z_1^2[k_A(i)a] - b^2Z_1^2[k_A(i)b]} + \sum_{k=1}^{\infty} \beta(k) \frac{y_B(k)}{y_{A0}} \frac{Z_1[k_A(i)b]J_0[k_B(k)b]}{\left(\frac{k_A(i)}{k_B(k)}\right)^2 - 1} \quad (\text{II.74})$$

et l'expression (II.70) devient :

$$a(i,k) = \frac{y_{A0}(k)}{y_{A0}} \frac{-2b}{a^2Z_1^2[k_A(i)a] - b^2Z_1^2[k_A(i)b]} \times \frac{Z_1[k_A(i)b]J_0[k_B(k)b]}{\left(\frac{k_A(i)}{k_B(k)}\right)^2 - 1} \quad (\text{II.75})$$

à partir de (II.71), (II.74) et (II.75) il vient

$$\alpha(i) = \sum_{k=1}^{\infty} a(i,k)\beta(k) \quad (\text{II.76})$$

De (II.69) nous pouvons écrire.

$$\gamma(j) = \beta(j) + \sum_{k=1}^{\infty} b(j,i)a(i) = \beta(j) + \sum_{i=1}^{\infty} b(j,i) \sum_{k=1}^{\infty} a(i,k)\beta(k) \quad (\text{II.77})$$

si nous posons :

$$\delta(j,k) = \sum_{i=1}^{\infty} b(j,i)a(i,k) \quad (\text{II.78})$$

L'expression (II.77) devient :

$$\gamma(j) = \beta(j) + \sum_{k=1}^{\infty} \delta(j,k)\beta(k) = \sum_{k=1}^{\infty} \delta_1(j,k)\beta(k) \quad (\text{II.79})$$

avec

$$\delta_1(j, k) = \delta(j, k) \quad \text{pour } j \neq k \quad (\text{II.80})$$

$$\delta_1(j, k) = 1 + \delta(j, k) \quad \text{pour } j = k \quad (\text{II.81})$$

à partir de (II.79) il vient :

$$[\beta] = [\delta_1]^{-1}[\gamma] \quad (\text{II.82})$$

à partir de (II.68) il vient :

$$Y = \frac{1}{\ln \frac{a}{b}} \sum_{k=1}^{\infty} \beta(k) \frac{y_B(k)}{y_{A0}} J_0[k_B(k)b] \quad (\text{II.83})$$

Donc pour résoudre ce problème nous avons commencé par le calcul des quantités k_{Am} et k_{Bn} qui sont obtenues par itérations à partir d'une subroutine calculant les fonctions de Bessel d'ordre zéro et un de première et seconde espèce, $[J_0(x), J_1(x), N_0(x), N_1(x)]$.

Les valeurs de $k_A(m)$ et $k_B(n)$ sont directement liées aux fréquences de coupure correspondante par :

$$f_{cA} = \frac{ck_A(m)}{2\pi} \quad \text{et} \quad f_{cB}(n) = \frac{ck_B(n)}{2\pi}$$

Nous pourrions exprimer les impédances d'ondes par les expressions suivantes :

$$y_a(m) = j \frac{f}{f_{cA}(m)} \times \frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{f}{f_{cA}(m)}\right)^2}}$$

$$y_b(m) = j \frac{f}{f_{cB}(m)} \times \frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{f}{f_{cB}(m)}\right)^2}} \varepsilon$$

Nous remarquons que la contribution des modes évanescents sera d'autant plus importante que leur ordre soit petit. Par ailleurs, après le calcul des valeurs de $k_A(m)$ et $k_B(n)$ nous avons trouvé que ces valeurs sont sensiblement du même ordre avec $n = 2m$, ce qui implique une contribution plus importante des modes d'ordre supérieur cylindrique par rapport aux modes d'ordre supérieur coaxiaux.

II. 4. 3 Le problème inverse

Ce problème représente le calcul de la permittivité du matériau placé dans la cellule à partir de la mesure de l'admittance Y_m présentée par l'ensemble matériau - cellule pour cela on pose.

$$\delta_1 = [R\delta_1] + j[I\delta_1] \quad \text{et} \quad [\beta] = [R\beta] + j[I\beta] \quad (\text{II.84})$$

$[\gamma]$ est réelle, alors de l'équation (II.79) il vient

$$[\gamma] = [R\delta_1][R\beta] - [I\delta_1][I\beta] \quad (\text{II.85})$$

et

$$0 = [R\delta_1][I\beta] + [I\delta_1][R\beta] \quad (\text{II.86})$$

$$[I\beta] = -[R\delta_1]^{-1}[I\delta_1][R\beta] \quad (\text{II.87})$$

$$[\gamma] = [R\delta_1][R\beta] + [I\delta_1][R\delta_1]^{-1}[I\delta_1][R\beta]$$

$$[\gamma] = [R\delta_1] + [I\delta_1][R\delta_1]^{-1}[I\delta_1][R\beta]$$

si on pose

$$[\Delta] = [R\delta_1] + [I\delta_1][R\delta_1]^{-1}[I\delta_1]$$

$$[R\gamma] = [\gamma] = [\Delta][R\beta] \quad (\text{II.88})$$

alors

$$[R\beta] = [\Delta]^{-1}[\gamma]$$

L'expression (II.83) devient si nous posons $Y = RY + jIY$

$$Y = RY + jIY = \frac{1}{\ln \frac{a}{b}} \sum_{k=1}^{\infty} [R\beta(k) + jI\beta(k)] \frac{y_b(k)}{y_{A0}} J_0[k_B(k)b] \quad (\text{II.89})$$

Dans la quelle

$$\frac{y_b(k)}{y_{A0}} = j \frac{\omega \epsilon_0 \epsilon}{\gamma_B(k)} \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = j \frac{f\epsilon}{f_{cB}(k)} \frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{f}{f_{cB}(k)}\right)^2}} \epsilon \quad (\text{II.90})$$

Où $f_{cB}(k)$ est la fréquence de coupure du mode TM_{0k} circulaire.

Nous sommes devant une équation complexe, pour la résoudre, nous utilisons une méthode itérative. Le calcul consiste à déterminer $\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$ à partir de la valeur mesurée de Y_m , pour cela nous faisons un développement de Taylor à deux variables ε' et ε'' à partir d'un couple initial fixé arbitrairement par l'opérateur. La permittivité du matériau est approchée par itérations successives par comparaison entre la valeur mesurée de l'admittance et la valeur calculée à partir du problème direct, le calcul s'arrête quand la différence relative est plus petite qu'une valeur fixée par l'opérateur.

II. 4. 4 Programmes développés

Pour l'application de cette méthode nous avons conçu un logiciel écrit en BORLAND C [49], ce logiciel contient deux parties :

a) Résolution du problème direct

Ici nous faisons le calcul de l'admittance mesurée à partir des deux fichiers enregistrés lors de l'expérimentation, ces fichiers correspondent aux signaux réfléchis à partir d'un échantillon et d'une ligne ouverte.

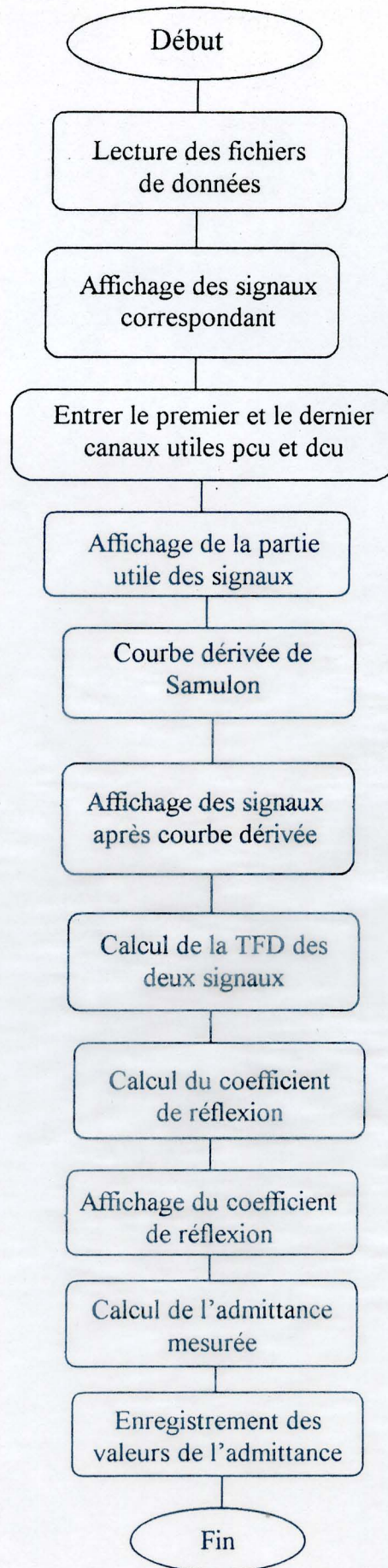
Comme nous l'avons déjà mentionné les informations utiles sont portées par la transition, donc nous prenons cette partie utile entre un premier canal utile pcu et un dernier canal utile dcu.

Pour adapter le signal obtenu à un traitement de Fourier, nous calculons la courbe dérivée de Samulon, puis nous calculons la TFD des signaux obtenus.

A partir de la TFD de ces deux signaux nous calculons le coefficient de réflexion $R(\omega) = \frac{V_{ech}(\omega)}{V_{Lo}(\omega)}$.

Ensuite nous calculons l'admittance mesurée $Y_m = \frac{1+R}{1-R}$.

Son organigramme est résumé comme suit :



b) Résolution du problème inverse

Dans cette partie nous faisons le calcul final de la permittivité complexe.

Donc la première étape est de vérifier la disponibilité des valeurs de l'admittance qui doivent être préalablement calculées. Puis nous faisons entrer les valeurs initiales de la permittivité complexe ϵ'_a et ϵ''_a et nous calculons les fréquences de coupure f_{cA} et f_{cB} dans les deux régions cylindrique et coaxiale. Ensuite nous calculons la valeur de $y(\epsilon', \epsilon'') = RY(\epsilon', \epsilon'') + jIY(\epsilon', \epsilon'')$ à partir des valeurs approchées de la permittivité :

$$RY(\epsilon', \epsilon'') = RY(\epsilon'_a, \epsilon''_a) + \frac{RY(\epsilon'_a + \delta\epsilon', \epsilon''_a) - RY(\epsilon'_a, \epsilon''_a)}{\delta\epsilon'} (\epsilon'_a - \epsilon') + \frac{RY(\epsilon'_a, \epsilon''_a + \delta\epsilon'') - RY(\epsilon'_a, \epsilon''_a)}{\delta\epsilon''} (\epsilon''_a - \epsilon'') \quad (II.91)$$

$$IY(\epsilon', \epsilon'') = IY(\epsilon'_a, \epsilon''_a) + \frac{IY(\epsilon'_a + \delta\epsilon', \epsilon''_a) - IY(\epsilon'_a, \epsilon''_a)}{\delta\epsilon'} (\epsilon'_a - \epsilon') + \frac{IY(\epsilon'_a, \epsilon''_a + \delta\epsilon'') - IY(\epsilon'_a, \epsilon''_a)}{\delta\epsilon''} (\epsilon''_a - \epsilon'') \quad (II.92)$$

Dans ces relations $\delta\epsilon'$ et $\delta\epsilon''$ sont de petites variations de deux termes de la permittivité faites à partir de ϵ'_a et ϵ''_a .

Les différents termes du second membre des équations (II.91) et (II.92) sont calculés à partir de l'équation (II.89).

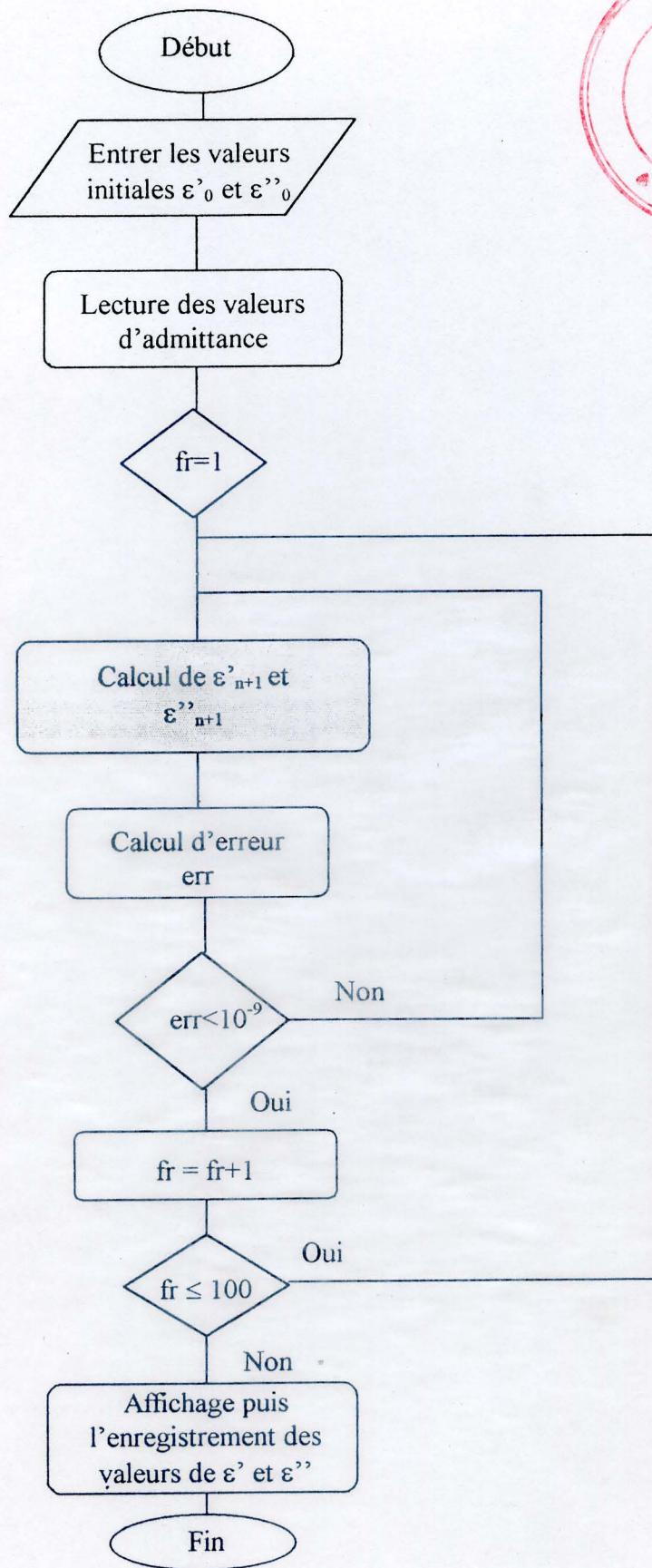
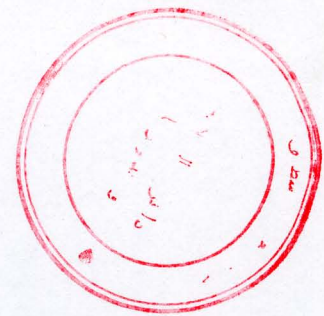
Donc connaissant $Y(\epsilon', \epsilon'')$ par la mesure nous obtiendrons $\epsilon' - \epsilon'_a$ et $\epsilon'' - \epsilon''_a$. En utilisant comme nouvelle valeur approchée ϵ' et ϵ'' ainsi déterminées, nous reprendrons le même processus jusqu'à ce que l'on obtienne des valeurs relatives de :

$$\frac{RY(\epsilon', \epsilon'') - RY(\epsilon'_a, \epsilon''_a)}{RY(\epsilon', \epsilon'')} \quad \text{et de} \quad \frac{IY(\epsilon', \epsilon'') - IY(\epsilon'_a, \epsilon''_a)}{IY(\epsilon', \epsilon'')}$$

soit inférieurs à la précision souhaitée que nous avons fixée dans notre cas à 10^{-9} .

Le calcul de la permittivité se fait à partir 100 MHz jusqu'à 10 GHz avec un pas de 100 MHz entre deux calculs, donc nous 100 valeurs à calculer. Enfin de calcul nous enregistrons les valeurs calculé dans un fichier de données.

Son organigramme est résumé comme suit:



La courbe suivante est un exemple de calcul en utilisant ce logiciel que nous avons conçu.

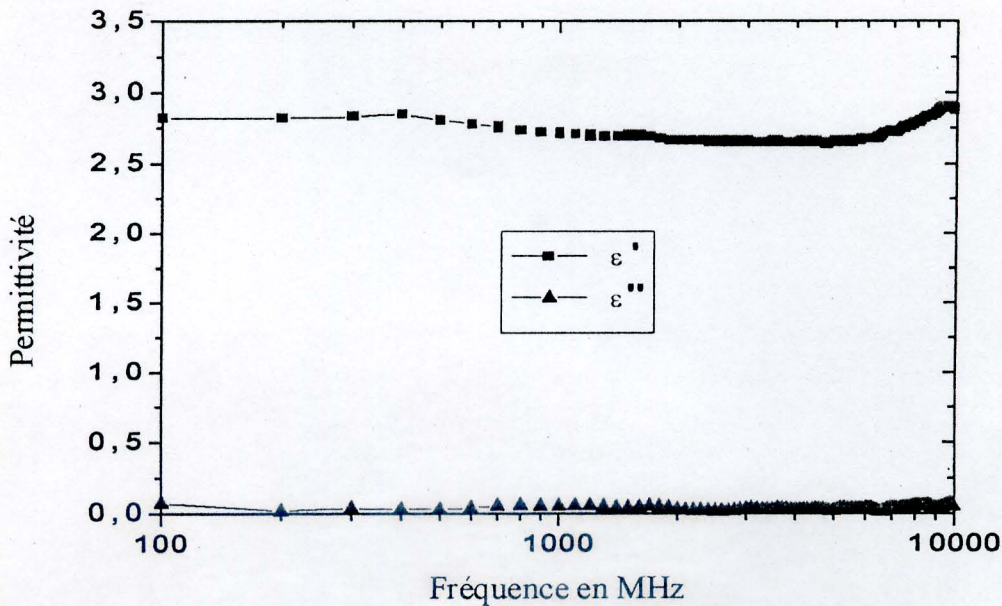


Figure 19: Permittivité complexe du polyester pur

II. 4. 5 Conclusion

Nous avons essayé de cerner dans ce chapitre les différentes méthodes utilisées en TDS, ces méthodes nous les avons divisées en trois catégories: La méthode de la première réflexion, les méthodes à réflexions multiples et la méthode utilisant la transition guide coaxial/guide cylindrique.

Après l'étude que nous avons faite, nous avons constaté que l'utilisation des méthodes à réflexions multiples sont plus avantageuses par rapport à la méthode de la première réflexion. Ceci vient du fait qu'elles permettent la détermination de la permittivité des échantillons de faibles épaisseurs et elles présentent une dynamique des phases meilleure.

Mais pour des applications sur des matériaux solides, ces méthodes, dites méthodes classiques, restent impropres, vu la difficulté d'usinage des échantillons à forme toroïdale. Pour remédier à ce problème, nous avons étudié la méthode utilisant la transition guide coaxial/guide cylindrique où l'échantillon est mis dans une cellule cylindrique. La détermination de la permittivité est faite à partir d'une étude électromagnétique au niveau de la transition.

Chapitre III

Les problèmes inhérents à la TDS

Si chacune des techniques dont nous venons de présenter les principes, possède ses limites propres, toutes sont soumises à d'autres types de limitations, plus générales, puisque inhérentes à la TDS. Nous allons à présent les identifier et essayer de déterminer pour chacune d'elles, dans quelle mesure elles sont responsables des erreurs expérimentales observées.

On peut classer les sources d'erreurs attachées à la TDS en quatre grandes catégories, d'importances inégales d'ailleurs : erreurs systématiques, aléatoires, numériques et mécaniques[2,12,18].

III. 1 Les erreurs systématiques

Entrent dans cette catégorie les erreurs dues :

1. Aux réflexions parasites produites par toutes les discontinuités présentes dans les lignes de transmission (connecteur, tête d'échantillonnage ...etc).
2. A une mauvaise évaluation de la largeur de la fenêtre d'observation temporelle.
3. A la non-linéarité des amplificateurs verticaux et des circuits de balayage horizontaux de l'oscilloscope à échantillonnage.
4. A une référence de l'origine des temps imprécise.

III. 1. 1 Les réflexions parasites

Les seuls signaux à prendre en compte pour nos analyses sont le signal incident et les signaux réfléchis par les deux extrémités de l'échantillon. Dans un système idéal ce serait en effet les seuls à apparaître. Malheureusement les diverses parties constitutives de notre système de mesure ne sont pas mutuellement adaptées d'une

manière parfaite, de sorte que chaque interface commune produit des réflexions supplémentaires qui viennent altérer la forme primitive du signal.

III. 1. 2 Calibration erronée de la fenêtre d'observation temporelle

Une mauvaise calibration de la largeur T de la fenêtre temporelle conduit à une évaluation erronée du pas d'échantillonnage fréquentiel $\Delta f = 1/T$. Ce problème est délicat car nous sommes en fait en présence d'un double échantillonnage : l'échantillonnage au niveau de l'oscilloscope pour réduire la fréquence de travail, et l'échantillonnage classique pour l'acquisition des données.

III. 1. 3 Non-linéarité des circuits de l'oscilloscope

La non-linéarité des circuits de l'amplificateur vertical et celle du circuit de balayage horizontal peuvent également conduire à un échantillonnage irrégulier du signal à analyser. Ce qui est plus néfaste car cette erreur, même si elle n'affecte que peu de points dans le domaine temporel, se répercute sur l'ensemble du spectre fréquentiel du signal après transformation de Fourier.

III. 1. 4 Référence de l'origine des temps

C'est l'un des problèmes les plus cruciaux de la TDS et certainement l'une des causes majeures. Nous avons d'ailleurs déjà souligné l'importance de la détermination d'une origine des temps commune à l'enregistrement du signal réfléchi par l'échantillon et le signal réfléchi par la référence, en comparant la méthode de la première réflexion aux méthodes à réflexions multiples.

III. 2 Les erreurs aléatoires

Ces erreurs sont classées en deux : les erreurs liées au bruit et les erreurs liées aux dérivées lentes des signaux.

III. 2. 1 Le bruit

Les circuits d'échantillonnage et de retenue de l'oscilloscope fournissent du signal transitoire à examiner une version étendue dans le temps, qui peut donc être considérée comme un signal basse fréquence, auquel se superpose le bruit dû aux différents circuits, dont les amplificateurs. Lorsqu'on aura à calculer le spectre de ce signal, le spectre du bruit le sera également et l'altérera. Cet inconvénient, mineur pour les mesures fréquentielles du fait de l'importante intensité spectrale disponible, devient préoccupant pour les mesures temporelles car l'intensité des générateurs alors utilisés

est beaucoup plus faible, surtout aux fréquences élevées. Nous savons par ailleurs que la densité de ce bruit est une fonction Gaussienne c'est-à-dire, ce bruit perturbe trop les fréquences situées au milieu de la courbe de Gausse. Pour remédier à ce problème et améliorer ainsi le rapport signal/bruit, il suffit de faire une moyennisation du signal obtenu en effectuant de nombreux enregistrements successifs.

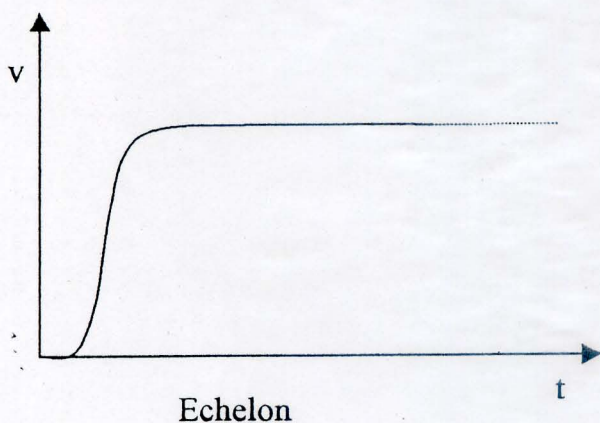
III. 2. 2 Le «Jitter» et les dérivées temporelles lentes

En plus des distorsions verticales causées par le bruit, le signal subit des fluctuations horizontales aléatoires, qui traduisent le fait qu'un point donné de la courbe n'est pas échantillonné d'une manière rigoureuse périodique au cours des cycles successifs d'acquisition. Ce phénomène, «appelé timing jitter», est lié aux légères variations qui affectent l'instant précis de l'ouverture répétée de la porte d'échantillonnage et se manifeste surtout dans les parties de plus grande pente du signal.

Le Jitter, à l'instar du bruit, présente une distribution temporelle du type Gaussien, il peut donc, lui aussi, être sensiblement réduit par moyennisation.

III. 3 Les erreurs liées à l'acquisition et au traitement du signal

La détermination par TDS des propriétés diélectriques d'un échantillon, et précisément de sa permittivité, requiert comme nous l'avons vu, l'utilisation et l'analyse par transformation de Fourier des signaux en forme d'échelon.



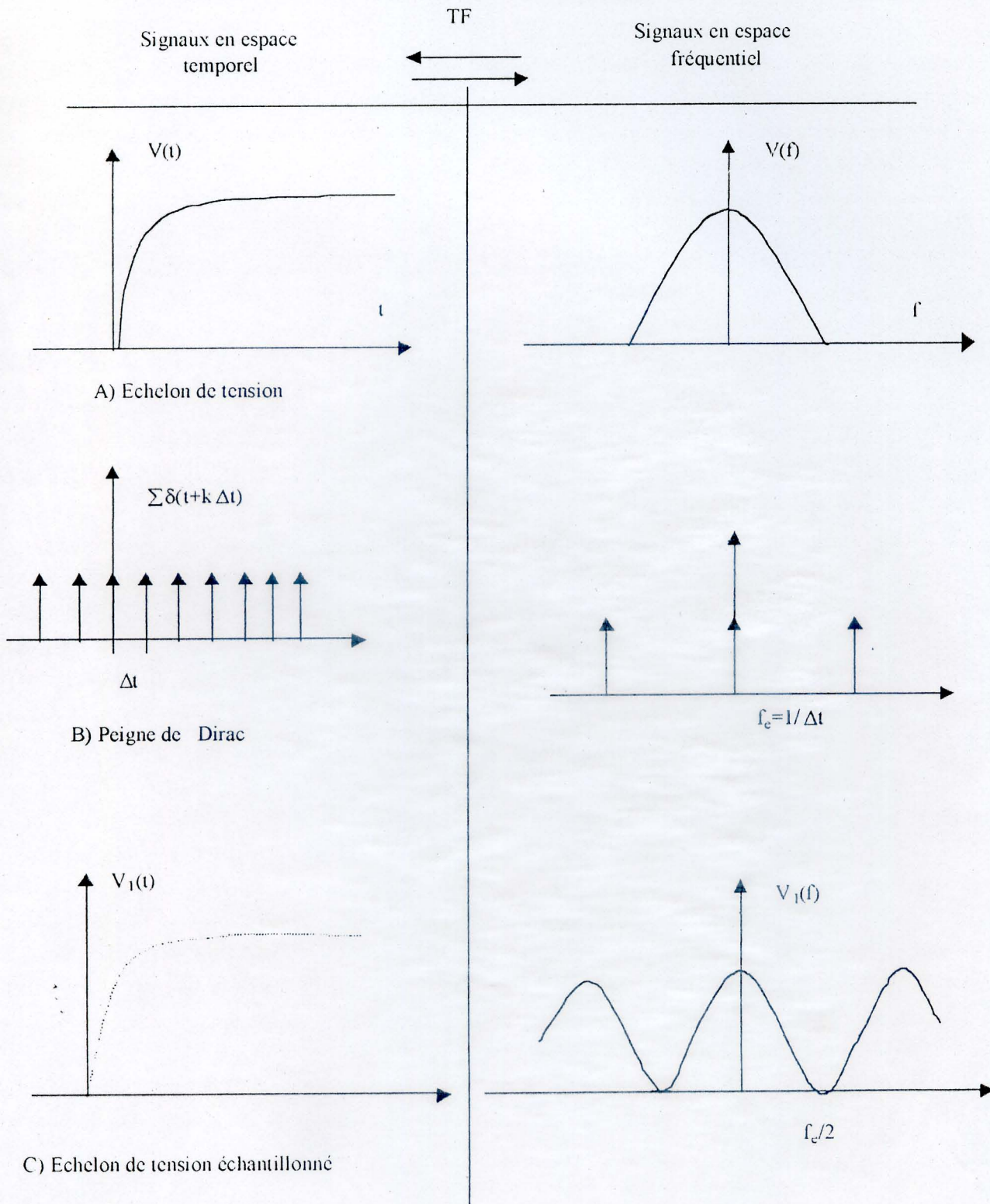
$$S(f) = \int_{-\infty}^{+\infty} S(t) e^{-j2\pi ft} dt \quad (\text{III.1})$$

En pratique, l'évaluation de $S(f)$ ne se fait pas par intégration continue, mais par transformation de Fourier discrète (TFD) qui est plus adaptée au traitement numérique par micro-ordinateur. Mais pour que cela soit possible, le signal original $S(t)$ doit au préalable être préparé, en introduisant des erreurs à chaque étape. Ce sont ces erreurs que nous allons présenter succinctement.

III. 3. 1 Les erreurs liées à l'acquisition des données

a) La transformation de Fourier discrète [7,8]

Le signal à traiter étant en toute rigueur un signal de durée illimitée, la première



opération consiste en l'échantillonnage ou la discrétisation du signal, ceci est réalisé en le multipliant par un peigne de Dirac unitaire est centré (figure précédente), on obtient comme résultat des impulsions de Dirac dont les intensités sont les valeurs prises par le signal aux instants $k\Delta t$:

Après multiplication par un peigne de Dirac on obtient

$$\begin{aligned} V_1(t) &= V(t) \times \sum_{k=-\infty}^{+\infty} \delta(t - k\Delta t) \\ &= \sum_{k=-\infty}^{+\infty} V(k\Delta t) \cdot \delta(t - k\Delta t) \end{aligned} \quad (\text{III.2})$$

Après transformation de Fourier on obtient

$$\begin{aligned} V_1(f) &= V(f) * \sum_{n=-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\Delta t} \delta(f - nf_c) \\ &= \frac{1}{\Delta t} \sum_{n=-\infty}^{+\infty} V(f - nf_c) \end{aligned} \quad (\text{III.3})$$

En deuxième phase : il est techniquement impossible d'obtenir des données $V(k\Delta t)$ sur intervalle de temps infini, on est alors contraint de limiter arbitrairement la durée du signal, ceci est obtenu en multipliant le signal échantillonné par une fenêtre rectangulaire unitaire $\text{rect}(t/T)$.

On obtient alors

$$\begin{aligned} V_2(t) &= \sum_{k=-\infty}^{+\infty} V(k\Delta t) \delta(t - k\Delta t) \times \text{rect}(t/T) \\ &= \sum_{n=0}^N V(k\Delta t) \delta(t - k\Delta t) \end{aligned} \quad (\text{III.4})$$

Sont spectre

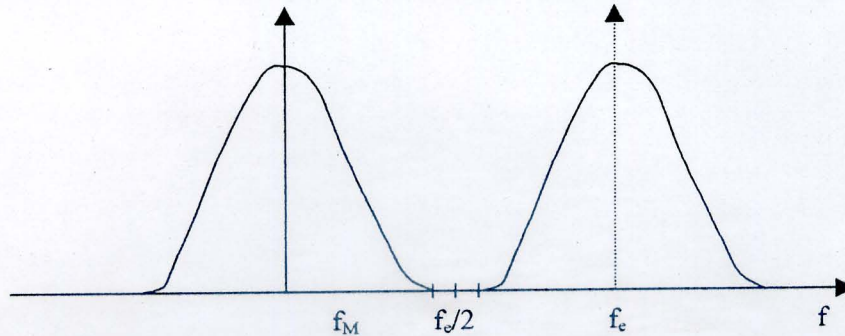
$$V_2(f) = \left[\frac{1}{\Delta t} \sum_n V(f - nf_c) \right] \sin \frac{\pi T f}{\pi f} \quad (\text{III.5})$$

En troisième phase, si on regarde cette dernière équation, on trouve qu'elle n'est toujours pas adapté au traitement par ordinateur, car la fréquence f est toujours une fonction continue, donc il faut encore la discrétiser en multipliant l'expression précédente par un peigne de Dirac unitaire centré de période $\Delta f = 1/T$: on obtient

$$V_3(f) = V_2(f) \times \sum_{-\infty}^{+\infty} \delta(f - r\Delta f) \quad (\text{III.6})$$

b) Le chevauchement des spectres

On peut voir ce phénomène à partir de la figure précédente, si $f_e < 2f_M$. On comprend aisément qu'on évitera cette difficulté si l'on échantillonne le signal à une fréquence f_e au moins deux fois supérieures à la plus grande composante f_M de son spectre. Cette condition constitue le critère de Nyquist : $f_e \geq 2f_M$.



Le phénomène précédent peut également être perçu comme un repliement spectral. Si f_e est la fréquence d'échantillonnage, $f_e/2$ est alors la fréquence de Nyquist et toutes les composantes spectrales inférieures à cette valeur sont visualisées à leurs places réelles. Alors qu'une composante x , située au-delà, apparaîtra dans le spectre comme une fréquence fantôme x' située symétriquement par rapport à $f_e/2$. Les motifs spectraux empiètent alors les uns sur les autres et il est très difficile, voir impossible, d'isoler les composantes effectives.

Une autre solution possible pour éviter ce phénomène consiste à filtrer le signal avec un filtre passe-bas de telle sorte qu'aucune fréquence supérieure à $f_e/2$ ne subsiste dans le spectre.

b) Erreurs de quantification

La quantification d'amplitude est un phénomène non linéaire, dans le quel l'amplitude d'un signal est à chaque instant arrondie à la plus proche d'une série de valeurs prédéterminée, appelés niveaux de quantification. Cela se produit toutes les fois que des signaux, variant d'une manière continue, sont mesurés et représentés sous forme digitale, comme dans notre cas où avant d'être traités par la TFD, les signaux analogiques sont prélevés au niveau de l'oscilloscope par le système d'acquisition des données.

III. 3. 2 Les erreurs liées au traitement des données

La première des erreurs qui vient à l'esprit est celle due à la précision des calculs internes du calculateur. Cette précision est tributaire du même phénomène que la quantification, mais son ordre de grandeur est inférieur, donc on peut négliger ces erreurs devant les erreurs de quantification, sauf dans le cas où le signal est divisé par un nombre très petit ou très grand, au quel cas on atteint les limites propres du calculateur.

Nous avons déjà vu précédemment qu'il est techniquement impossible d'obtenir des données sur un intervalle de temps infini. Nous sommes contraints alors de calculer la transformée de Fourier discrète sur un intervalle de temps fini $T = N\Delta t$ où N est le nombre d'échantillons que nous avons choisi de retenir.

Le signal à traiter est donc vu à travers une fenêtre qui en limite la durée, et la TFD intéressera le produit signal par la fenêtre temporelle. Celle-ci étant en première approximation une fenêtre rectangulaire unitaire, de largeur $N\Delta t$, nous aurons dans le domaine fréquentiel un produit de convolution entre la TFD du signal et la TFD de la fenêtre qui est un sinus cardinal dont le spectre se caractérise par des lobes latéraux amples et nombreux.

L'expression (III.1) donnant la TFD de $S(t)$ peut encore s'écrire :

$$S(n\Delta f) = \Delta t \sum_{k=0}^{N-1} S(k\Delta t) \exp(-j2\pi n\Delta f k\Delta t) + \Delta t \sum_{k=N}^{\infty} S(k\Delta t) \exp(-j2\pi n\Delta f k\Delta t)$$

Le premier terme est la TFD du signal obtenu que l'on a tronqué, le second représente l'erreur commise en assimilant celui-ci à la transformée de Fourier discrète.

Le problème fondamental qui se pose alors est de minimiser au maximum cette erreur dite erreur de troncature, ou mieux de s'en affranchir. Pour cela, plusieurs moyens sont à notre disposition[2], parmi ces moyens nous avons :

- a) Les fenêtres de troncature : consiste à multiplier le signal à traité par une fenêtre de troncature dont le spectre possède des lobes latéraux moins amples et moins étalés que ceux de la fonction $\text{sinc}(\omega)$, (expression (III.5)).
- b) Les méthodes évitant l'effet de troncature : Leurs buts c'est de rendre les niveaux final et initial identiques à l'intérieur de la fenêtre d'observation, parmi ces méthodes, il y a la méthode de Samulon, que nous avons présenté dans le chapitre I.

III. 4 Les erreurs de nature mécanique

Ces erreurs proviennent du fait que l'expérimentateur doit à maintes reprises connecter puis séparer différents tronçons de la de la ligne, il s'en suit une usure des extrémités et des pas de vis qui se répercute sur la qualité des mesures, ajouté à cela, la poussière qu'on doit nettoyer chaque fois en utilisant un produit dépoussiérant

Chapitre IV

Généralités sur les matériaux utilisés

I. Introduction [50 à 57]

Les matériaux diélectriques isolants et/ou absorbants sont largement utilisés en électronique, en électrotechnique et en aéronautique. Ces matériaux possèdent des propriétés électriques répondants aux exigences de ces domaines d'application.

On désigne par isolant, un matériau qui s'oppose à la transmission d'une forme déterminée d'énergie. On distingue plusieurs types d'isolants selon la nature du processus physique considéré.

Si aucun courant électrique ne circule entre deux conducteurs portés à des potentiels continus différents, le matériau qui les sépare est un isolant électrique. En fait, cet isolant parfait n'existe pas, et une faible intensité circule toujours entre les deux électrodes. Sous tension alternative, il passe un certain courant dans le circuit, en quadrature avec la tension appliquée, mais la puissance dissipée, dans ce cas, au sein de l'isolant est nulle. L'intensité du courant, liée à la géométrie du système, à la tension appliquée et à la fréquence du signal, est proportionnelle à la permittivité du matériau.

Un isolant électrique parfait serait un matériau diélectrique parfait. Deux pièces métalliques, séparées par un tel matériau, présenteraient alors une capacité ϵ fois plus grande que si les deux conducteurs étaient disposés dans le vide. Ce facteur ϵ , appelé permittivité relative, traduit également le rapport des vitesses de propagation d'une onde électromagnétique dans le matériau isolant et dans le vide.

Les valeurs de ϵ pour les divers matériaux sont très variables. Des considérations simples de physique des diélectriques montrent qu'en aucun cas ϵ ne peut être inférieur à l'unité. Les gaz ont des permittivités très voisines de celle du vide.

A titre d'exemple, citons, pour l'hélium, $\epsilon = 1,000\ 066$; pour l'oxygène, $\epsilon = 1,000\ 55$; pour la vapeur d'eau, $\epsilon = 1,006\ 1$. Dans le cas des liquides, la gamme est déjà plus étendue, puisque, pour l'hélium liquide, ϵ vaut 1,048, alors que la permittivité d'une huile de transformateur est de l'ordre de 2,2 et que celle de l'eau atteint 80,5. En ce qui concerne les solides enfin, si pour bon nombre de polymères elle est voisine de 2, pour le verre elle prend des valeurs de l'ordre de 6, et pour certaines céramiques elle peut approcher 1 500.

Donc les quatre principaux milieux isolants sont : les solides, les liquides, les gaz et le vide. Les études les plus approfondies ont été faites sur les diélectriques solides et liquides. Les améliorations continues portent sur la réalisation de stabilité chimique meilleure, de pertes plus faibles, de constante diélectrique plus grande et de conditions de température plus sévères, c'est-à-dire les caractéristiques précédentes doivent être plus ou moins stables et inhérentes aux variations de la température et le coût doit être le moins onéreux possible, ainsi le rapport qualité/prix sera amélioré.

Alors dans le cadre de notre travail sur la caractérisation des matériaux hétérogènes, nous avons essayé de choisir un matériau ayant les caractéristiques suivantes : une permittivité élevée, stables en température, coût réduit, disponible et reproductible. Pour cela nous avons choisi les céramiques (titanate de Baryum et titanate de Strontium).

Ces céramiques existent sous forme de poudre. Donc pour former un matériau solide, il faut mélanger ces poudres avec un autre matériau permettant d'avoir en fin un matériau solide, parmi ces matériaux il y a les résines polymériques.

Les polymères chimiques sont en deux types, thermoplastiques et thermodurcissables.

1. Thermoplastiques

La rigidité mécanique des thermoplastiques évolue d'une façon réversible avec la température, ce qui permet de les mouler ou de les extruder. ces produits comportent en général deux températures de transition (dans l'ordre croissant des températures) :

- Une température de transition vitreuse T_v .
- Une température de fusion ou plutôt une zone de fusion T_f .

Au-dessous de T_v , le produit se comporte comme un solide rigide et cassant (verre) ; entre T_v et T_f le produit est plastique pour T_f le produit devient un liquide visqueux. Ces températures de transition peuvent être déterminées entre autres, par analyse thermique différentielle.

Exemples :

	T_v °c	T_f °c
Polyéthylène	-125	140
Polypropylène	-13	180
Polystyrène	100	160

2. Thermodurcissables

La rigidité mécanique des thermodurcissables est le résultat d'une réaction irréversible. Elles sont généralement vendues sous forme de résines à couler ou à mouler contenant des macromolécules plus complexes, susceptibles de réagir entre elles sous l'action de la chaleur et/ou d'un *durcisseur* pour donner un réseau moléculaire tridimensionnel. Les réactions conduisant à ce réseau sont des réactions de réticulation.

Exemple : Polyester, époxydes (appelée encore résine époxy), fonctionnant avec un durcisseur.

Donc le choix du type de polymère à utiliser comme matrice hôte de la céramique qui est utilisée comme charge est déterminé à partir de la méthode de préparation, à chaud ou à froid.

La méthode de préparation à chaud se fait par des thermoplastiques et nécessite un four, une presse et une quantité considérable des matériaux à mélanger. En conséquence, elle permet d'avoir une bonne préparation et permet d'augmenter en fractions volumiques.

La méthode de préparation à froid se fait par des thermodurcissables, contrairement à la méthode précédente, cette méthode ne nécessite pas une grande quantité de matériaux à mélanger, mais en conséquence, on ne peut pas atteindre des fractions volumiques élevées.

En ce qui concerne notre cas, vu la faible quantité de titanate de baryum et titanate de strontium que nous disposons et son indisponibilité, nous étions obligés de travailler avec la méthode de préparation à froid et d'utiliser un thermodurcissable comme matrice.

La résine polymérique thermodurcissable que nous avons utilisée est le polyester [57,58] que nous présentons comme suit :

Le terme polyester est employé pour désigner un groupe de divers corps résultants d'une réaction de condensation entre un alcool polyhydrique et un acide polybasique. Le grand progrès du polyester a été fait en 1937 lorsque Carltons Ellis découvrit aux Etats Unis qu'en ajoutant des monomères non saturés au polyester non saturés, le temps de prise (cuisson) était considérablement réduit. Cette découverte rendit les résines polyesters avantageuses pour l'emploi à l'échelle commerciale et stimula l'intérêt pour ces résines.

Les polyesters peuvent être classés, grossomodo, en deux classes, polymères saturés et polymères insaturés.

Dans les polymères non saturés on peut trouver les résines pour stratifiés (déposition en couche) et les résines coulées, l'unité formée doit se copolymeriser avec un monomère de type vinyle donnant ainsi un copolymère vinyle-polyester ou simplement un polyester cuit de structure thermodurcissable.

La partie réelle de la permittivité de la résine polyester que nous avons utilisée telle qu'a été donnée dans [50] est la suivante :

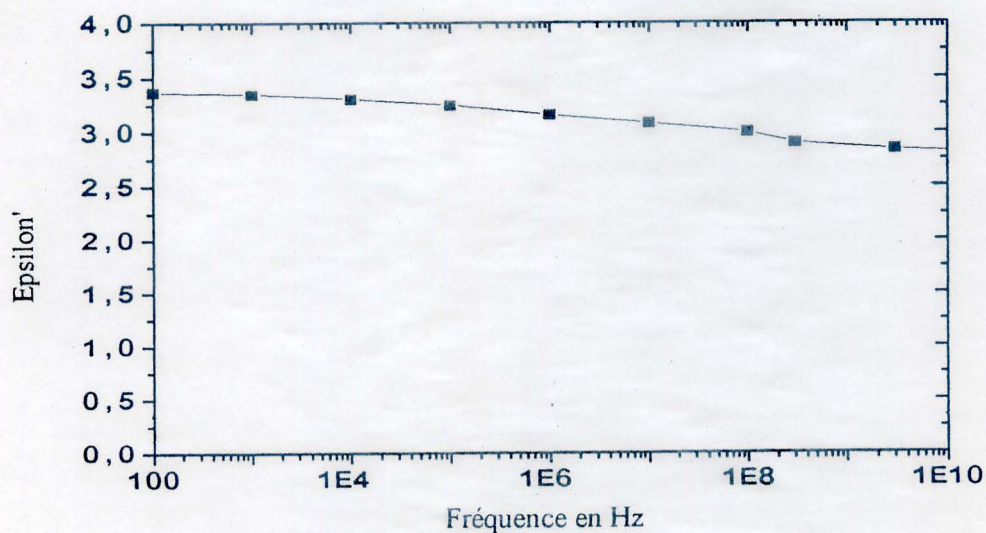


Figure 1 : Permittivité du polyester pur

II Les céramiques et leurs utilisations en électronique

Le mot céramique vient du mot grec «keramus» qui signifie «argile de poterie» ou «poterie» ; Il est issu de l'ancienne racine souscrite «brûler». La définition que l'on donne généralement pour une céramique est «produit obtenu par l'action du feu sur un matériau tiré de la terre». Cette définition est suffisamment large pour inclure non seulement les produits tels que les réfractaires ou les matériaux de construction, mais aussi les isolants thermiques et électrique, les verres, les abrasifs . . .etc.

II. 1 Applications en électronique[50,52,60]

Les matériaux céramiques sont largement utilisés en électronique d'une façon exclusive et non exclusive (amélioration). Le tableau 2 donne les principales applications de ces matériaux.

Fonction électronique du composant passif	Composant assumant la fonction
Interconnexion	Circuit hybrides Interconnexion pour circuits intégrés
Capacitive	Condensateurs
Résistive	Résistances Lignes à retard Potentiomètres
Inductive	Bobine d'inductance Transformateurs Bague de déflexion pour écran cathodique
Protection. Régulation	Thermistances CTP Thermistances CTN Varistances VDR
Composants pour hyperfréquences	Résonateurs Circulateurs Condensateurs

Tableau 1: Utilisation des céramiques en électronique.

On peut classer convenablement les céramiques diélectriques en quatre groupes:

- 1) Les matériaux diélectriques dont la constante diélectrique est inférieure à 12
- 2) Les matériaux diélectriques dont la constante diélectrique est supérieure à 12
- 3) Les matériaux ayant des propriétés ferroélectrique et piézo-électrique
- 4) Les matériaux ayant des propriétés ferromagnétiques.

Vu que notre but est de réaliser des matériaux à permittivité élevée, nous allons nous intéresser aux matériaux de la deuxième classe.

La demande croissante des éléments miniaturisés a considérablement aidé au développement des condensateurs céramique jusqu'alors utilisés pour compenser les effets de la température.

On peut réaliser des condensateurs utilisables dans diverses applications de dimensions très petites et dont la capacité varie de quelques pF à 0,1 μ F. Ils sont très intéressants lorsque la variation de la capacité avec la température est d'une importance secondaire, dans le cas des condensateurs de couplage ou de découplage par exemple. On réalise des matériaux dont la constante diélectrique peut aller jusqu'à 9000 à la température ordinaire.

Les condensateurs céramiques peuvent être classés en deux catégories principales (tableau 3).

Type	Diélectrique	ϵ'	$10 \cdot \text{tg}\delta$	Variation de ϵ' % par décade de temps
I	Paraélectrique	10 – 500	< 5	Négligeable
II	Ferroélectrique	> 500	< 250	> -5

Tableau 2: caractéristiques des condensateurs céramiques

- Les condensateurs de type I sont des condensateurs de faible capacité destinés aux circuits d'accord haute fréquence. Ils présentent de faibles pertes diélectriques et une bonne stabilité en température et en temps. Ils sont actuellement préparés à partir de matériaux paraélectriques à base de titanate de strontium, de magnésium, de calcium et d'oxyde de titane ;
- Les condensateurs de type II sont utilisés comme condensateurs de liaison de découplage ou de filtrage. Ils présentent de fortes capacités mais ont une stabilité moyenne en température et en temps. Ces condensateurs comportent comme diélectriques des composés ferroélectriques à base de titanate de baryum ($\text{BaO} + \text{TiO}_2$).

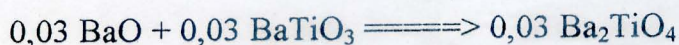
Les condensateurs céramiques multicouches à haute capacité volumique correspondent aux derniers développements de la technologie des condensateurs.

céramiques. Ils sont constitués d'un empilement de feuilles de diélectriques céramiques, obtenues par coulage, sur les quelles sont déposées des électrodes métalliques par sérigraphie. Les différentes feuilles conductrices sont reliées entre elles sur les deux côtés opposés de l'empilement donnant ainsi naissance à un ensemble de condensateurs en parallèle.

II.2 Préparation et caractéristiques du titanate de baryum [59]

Le titanate de baryum est préalablement préparé à partir de BaCO_3 et TiO_2 . Le carbonate de baryum et l'oxyde de titanate sont d'abord mélangés à sec en proportions du rapport molaire BaO/TiO_2 qui peut prendre les valeurs suivantes (1,03, 1,00 ou 0,97), le mélange est broyé longuement et homogénéisé dans un mortier en porcelaine.

Le titanate de baryum de stœchiométrie 1,03 correspond en fait à un mélange de BaTiO_3 et Ba_2TiO_4 , l'excès de BaO réagissant sur BaTiO_3 pour donner Ba_2TiO_4 :



Le rapport $\text{BaO}/\text{TiO}_2 = 1,00$ donne après chauffage :



Le rapport $\text{BaO}/\text{TiO}_2 = 0,97$ donne après chauffage :



Ces différents titanates de baryum sont notés respectivement BaTiO_3 (1,03), BaTiO_3 (1,00), BaTiO_3 (0,97).

La caractérisation de ces matériaux [59] en fonction de la température à la fréquence de 1 KHz donne des résultats différents, ce qui montre que les caractéristiques du titanate de baryum dépendent de sa fabrication.

Comme exemple, on donne la courbe de variation de la permittivité en fonction de la température à une fréquence de 1MHz [54].

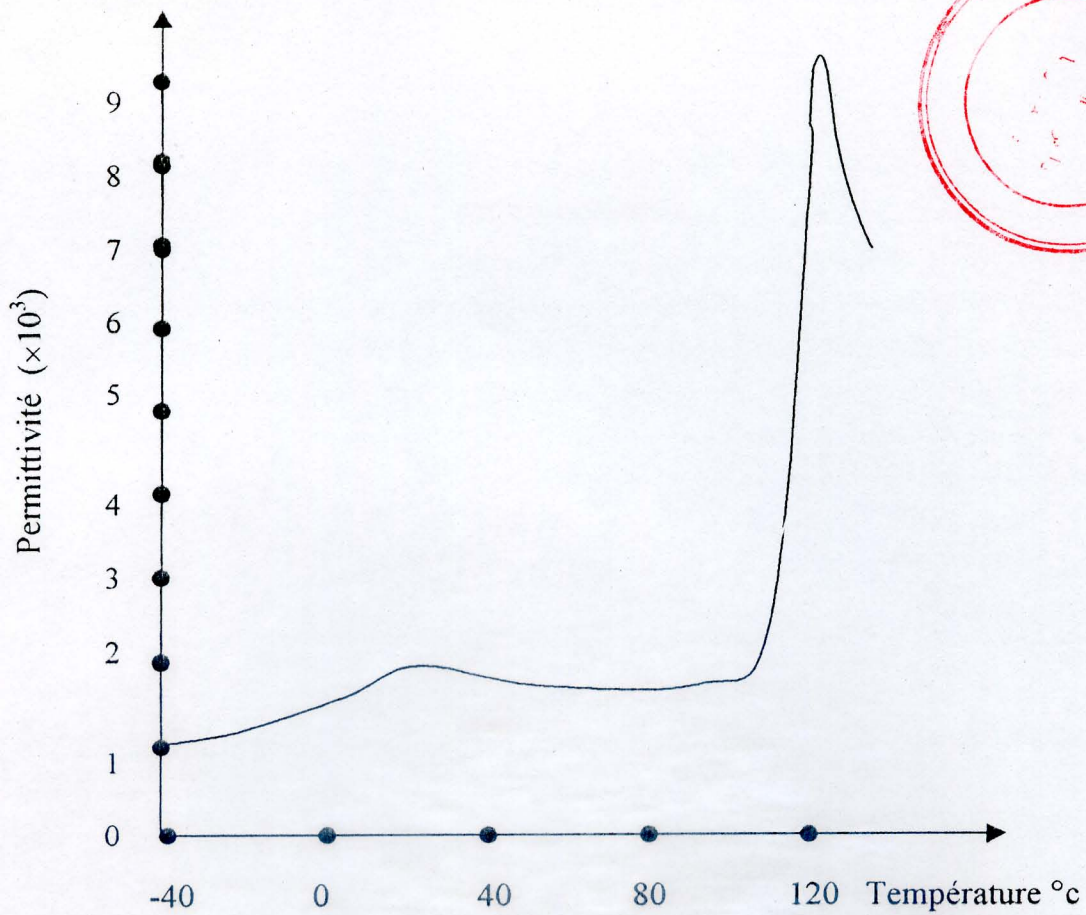


Figure 2 : Variation de la permittivité du titanate de baryum en fonction de la température à la fréquence fixe 1MHz

Chapitre V

Préparation des échantillons et Résultats obtenus

I. Préparation des échantillons

Dans un travail de caractérisation diélectrique des matériaux, la méthode de préparation des échantillons et leurs usinages représentent une étape importante du travail. Donc après avoir présenté les critères de choix et les caractéristiques des matériaux que nous avons utilisés, nous allons présenter la méthode de préparation des échantillons.

La préparation de nos échantillons, nous l'avons faite en deux fois, la première fois à l'institut d'électronique de Sétif, la deuxième fois au Laboratoire PIOM de l'école ENSCPB à Bordeaux.

II. 1. Première préparation

Les produits utilisés sont :

- 1) Résine polyester
- 2) Additifs chimiques qui sont le catalyseur, l'accélérateur et le durcisseur.
- 3) Poudres de céramique : Titanate de baryum $BaTiO_3$ et Titanate de strontium $SrTiO_3$

Matériel : Moule métallique à forme parallélépipédique dont les dimensions sont variables et d'autres outils de travail.

• Méthode de préparation

Comme nous l'avons mentionné dans le précédent chapitre la préparation se fait à froid. La préparation des différents échantillons est faite en variant la fraction volumique $v_c\%$ de la charge qui est les poudres de titanate de baryum et de strontium, par rapport au volume de la matrice qui est la résine de polyester.

Sachant que : $V_m + V_c = V_t$

V_m : Volume de la matrice.

V_c : Volume de la charge.

V_t : Volume total.

Donc pour une fraction volumique $v_c\%$ donnée, nous fixons le volume de la matrice V_m parce que c'est un liquide donc nous pouvons calculer facilement son volume puis nous calculons le volume V_c qui lui correspond suivant la fraction volumique à réaliser.

Nous avons :

$V_c \longrightarrow v_c\%$

$V_m \longrightarrow 100 - v_c\%$

$$\Rightarrow V_c = \frac{V_m \times v_c\%}{100 - v_c\%}$$

Puisque les charges sont des poudres, donc il est préférable de travailler en masse.

Nous avons la densité de la charge $d_c = \frac{V_c}{m_c} \Rightarrow m_c = d_c \times V_c$, sachant que la densité du titanate de baryum est 6,08 et celle de titanate de strontium est de 4,81.

Pour faire de bonnes mesures, la pesée de la masse m_c est faite aux instituts de chimie et de biologie qui disposent des balances de précision (10^{-4} g).

Après avoir préparé les quantités appropriées de la résine et de la charge, on verse la résine dans un Bêcher, on ajoute la poudre de céramique avec de faibles quantités et on mélange les deux matières pendant 10 à 20 minutes puis on ajoute les additifs comme suit : 3 gouttes de catalyseur puis 3 gouttes d'accélérateur et en fin 3 gouttes de durcisseur et on continue à mélanger, après on met le mélange dans le moule préalablement préparé, on laisse le moule à l'air pendant quelques heures pour que l'échantillon devienne solide.

La dernière phase de préparation est l'usinage et le polissage pour avoir les dimensions du guide rectangulaire.

II. 2 Deuxième préparation

La caractérisation large bande des matériaux solides en utilisant l'équipement TDS nécessite un nombre important d'échantillon pour vérifier les mesures.

Donc dans le but de garder les mêmes conditions de préparation nous avons refait la préparation des échantillons.

Pour cela la première tâche que nous avons faite c'est la détermination de la densité du polyester solide et de déterminer par la suite le pourcentage de retrait du volume polyester après sa polymérisation.

Pour le faire nous avons utilisé la méthode du pycnomètre sur deux échantillons de volumes différents, nous avons obtenu $d_1 = 1,2214$ et $d_2 = 1,2225$.

La différence est minime, nous avons donc pris la moyenne de ces deux valeurs.

$$d_m = \frac{d_1 + d_2}{2} = 1,222$$

• Méthode de préparation

Sachant que les proportions de préparation données sur les notices techniques du polyester et des additifs sont :

Pour 10g de polyester on ajoute 1 goutte du catalyseur (polyax Y3) et 6 gouttes d'accélérateur (polyca X8).

Donc pour tous nos échantillons nous fixons la masse de la résine (polyester) à 10g, puis nous calculons la masse de la charge qu'il faut ajouter pour chaque fraction volumique $v_c\%$ de la façon suivante :

$$V_c \longrightarrow v_c\%$$

$$V_m \longrightarrow 100 - v_c\%$$

$$\Rightarrow V_c = \frac{V_m \times v_c\%}{100 - v_c\%} = \frac{v_c\%}{100 - v_c\%} \times \frac{m_m}{d_m}$$

$$m_c = V_c \times d_c = \frac{v_c\%}{100 - v_c\%} \times \frac{m_m \times d_c}{d_m}$$

La densité du titanate de baryum est 6,08 et celle du strontium est 4,81, la masse m_m , est fixée à 10g, donc

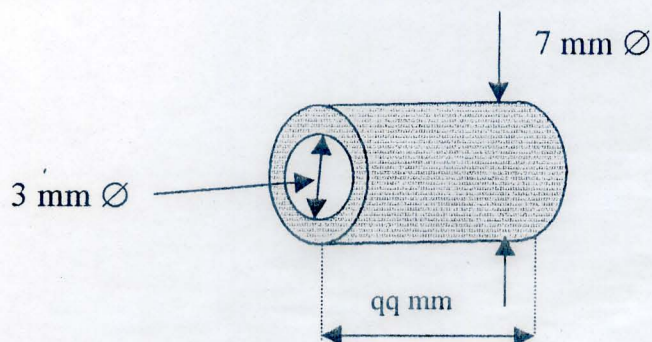
$$m_c = \frac{v_c\%}{100 - v_c\%} \times 49,75g \quad \text{pour le titanate de baryum.}$$

$$\text{et } m_c = \frac{v_c \%}{100 - v_c \%} \times 39,36\text{g} \text{ pour le titanate de strontium.}$$

La fraction volumique $v_c\%$ varie de 0 à 50% (0, 5, 10, 50).

Après avoir mélangé les deux matières avec les additifs, on met le mélange sur un débuleur pour dégager les bulles d'air pendant une durée de 20 mn, en fin les échantillons sont préparés dans un moule cylindrique ou dans des tubes en plastique. La température de travail est la température ambiante (19°C - 21°C).

La dernière phase de préparation est l'usinage des échantillons pour avoir la forme toroïdale avec les dimensions suivantes :

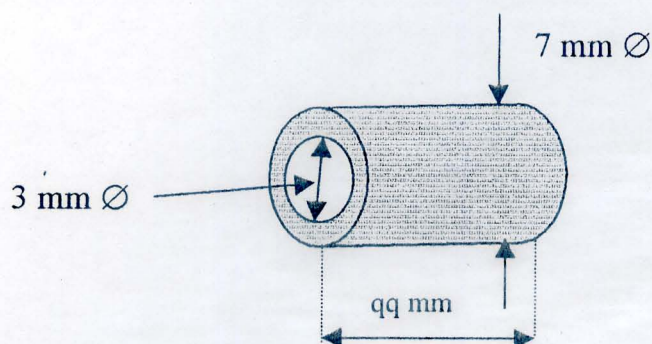


$$\text{et } m_c = \frac{v_c \%}{100 - v_c \%} \times 39,36 \text{ g pour le titanate de strontium.}$$

La fraction volumique $v_c\%$ varie de 0 à 50% (0, 5, 10,50).

Après avoir mélangé les deux matières avec les additifs, on met le mélange sur un débuleur pour dégager les bulles d'air pendant une durée de 20 mn, en fin les échantillons sont préparés dans un moule cylindrique ou dans des tubes en plastique. La température de travail est la température ambiante (19°C - 21°C).

La dernière phase de préparation est l'usinage des échantillons pour avoir la forme toroïdale avec les dimensions suivantes :



II Résultats expérimentaux

II. 1 Permittivité complexe en fonction de la fréquence

II. 1. a Polyester + titanate de baryum

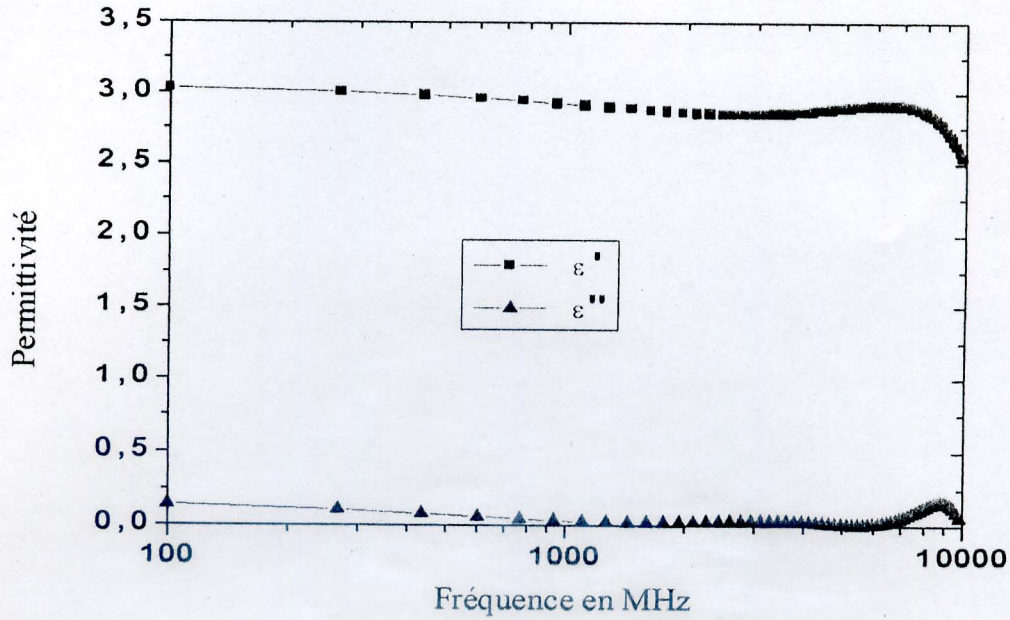


Figure 1 : Permittivité complexe du polyester pur

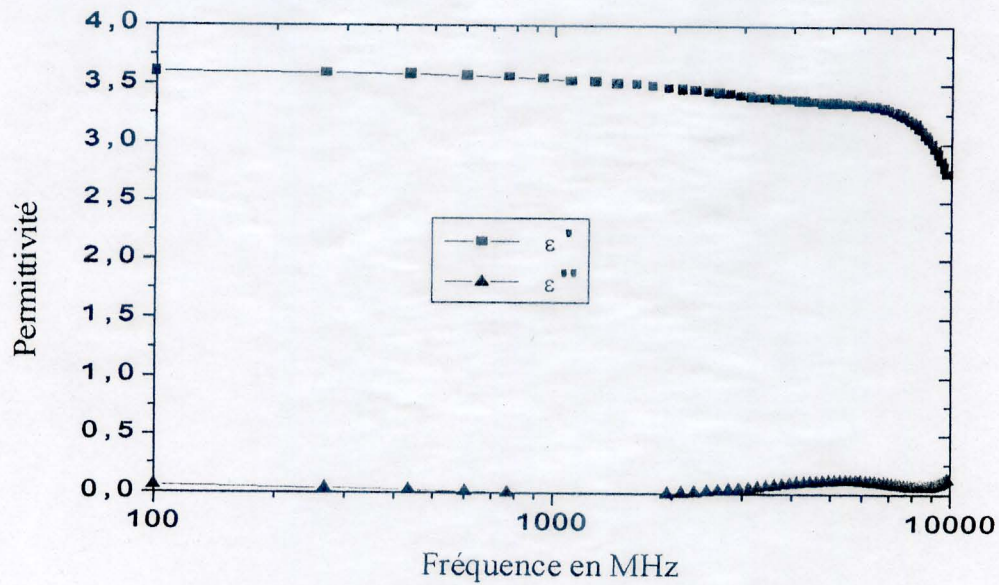


Figure 2 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 5% de BaTiO_3 en volume

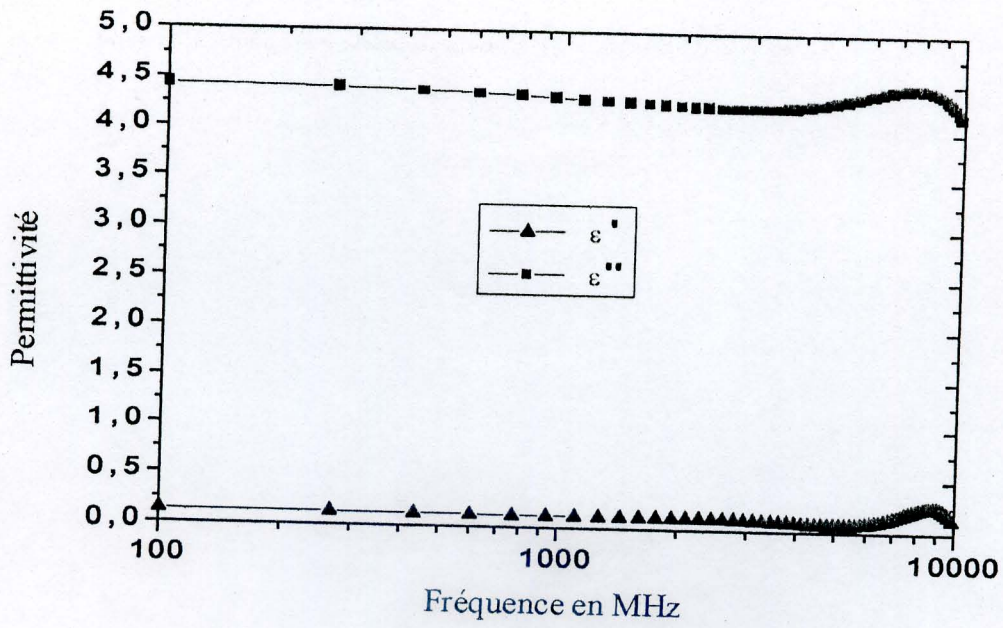


Figure 3 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 10% de BaTiO₃ en volume

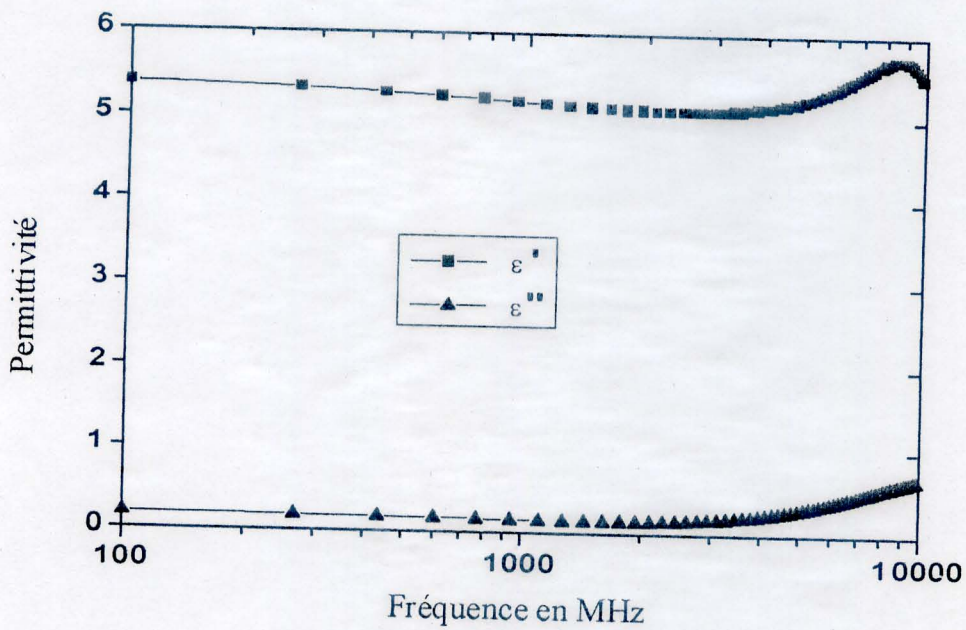


Figure 4 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 15% de BaTiO₃ en volume

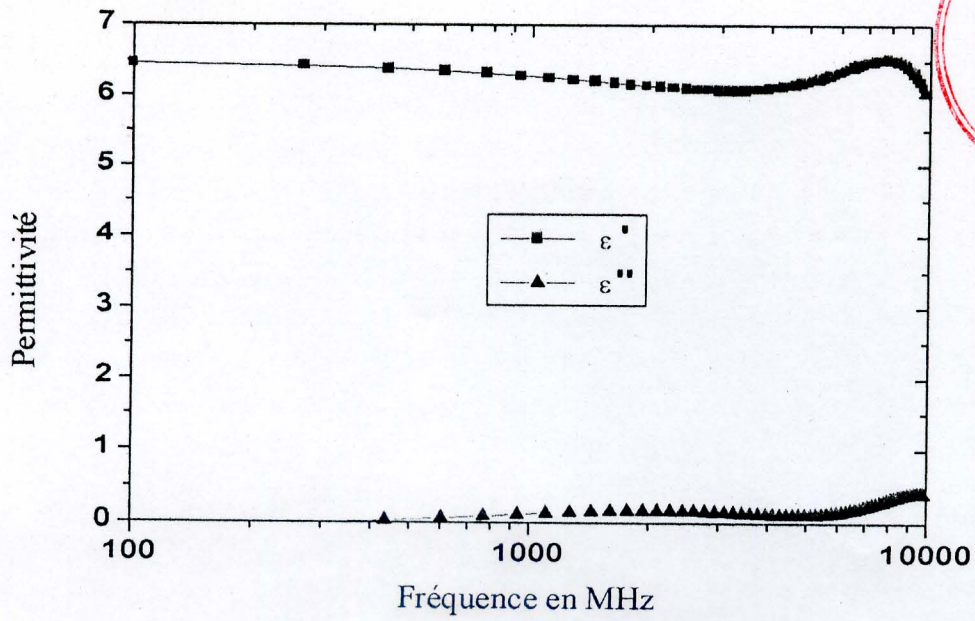
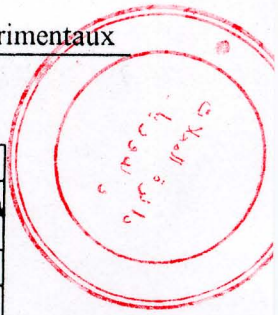


Figure 5 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 20% de BaTiO₃ en volume

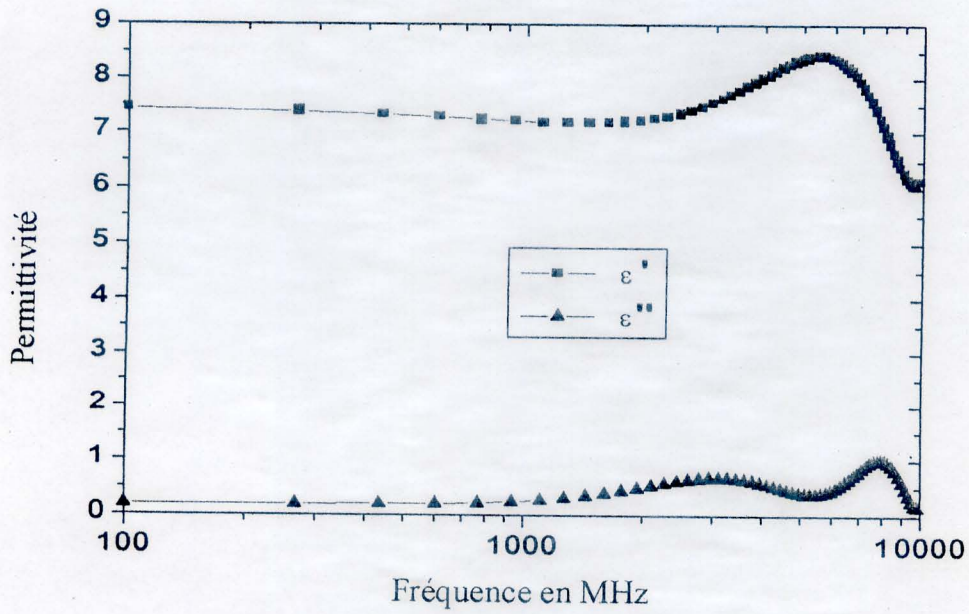


Figure 6 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 25% de BaTiO₃ en volume

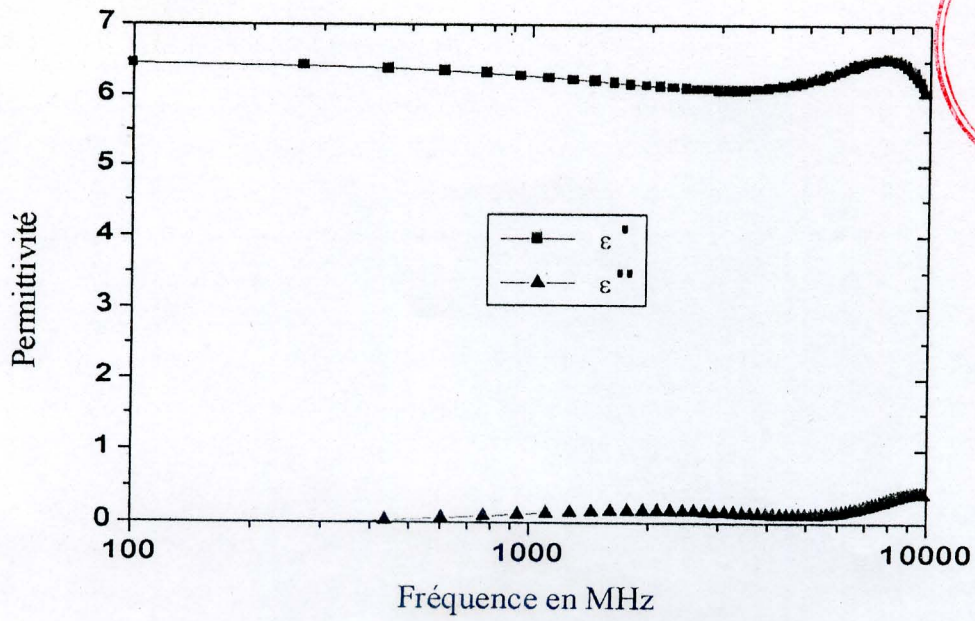
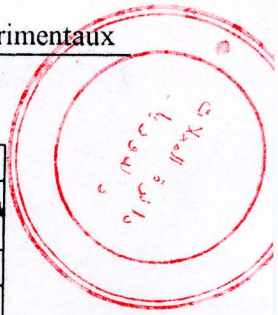


Figure 5 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 20% de BaTiO₃ en volume

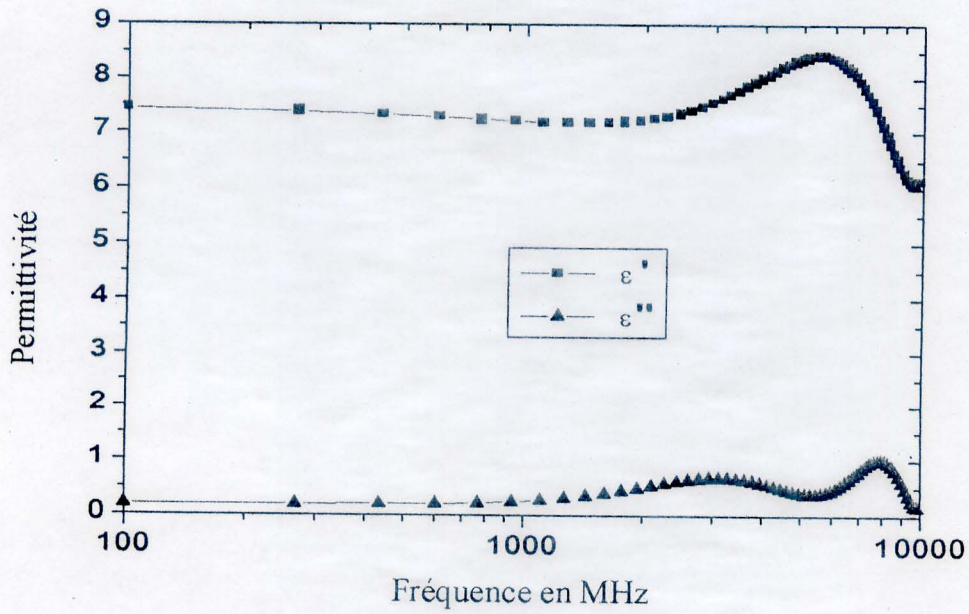


Figure 6 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 25% de BaTiO₃ en volume

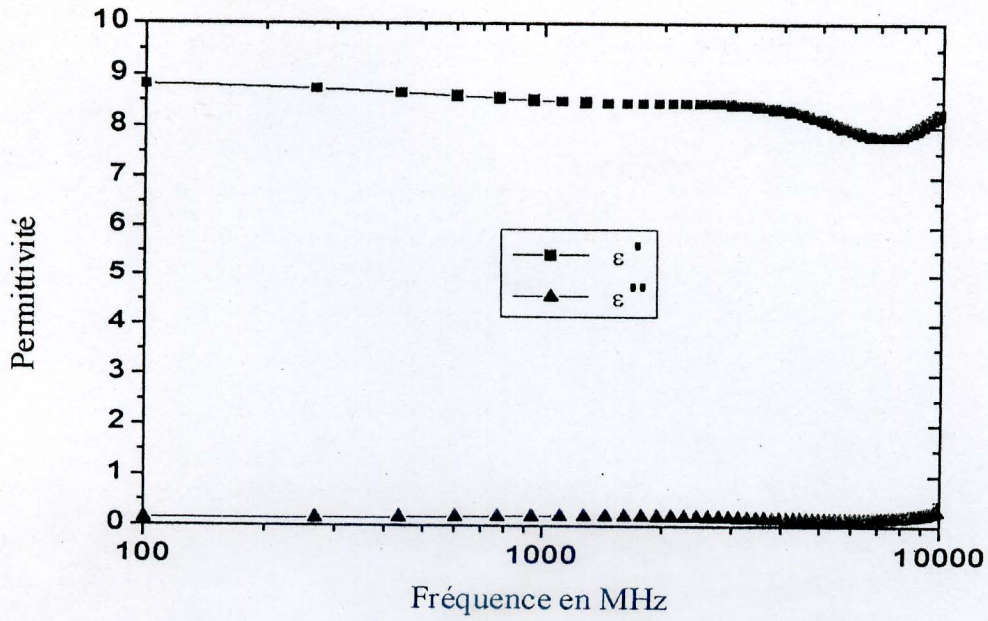


Figure 7 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 30% de BaTiO₃ en volume

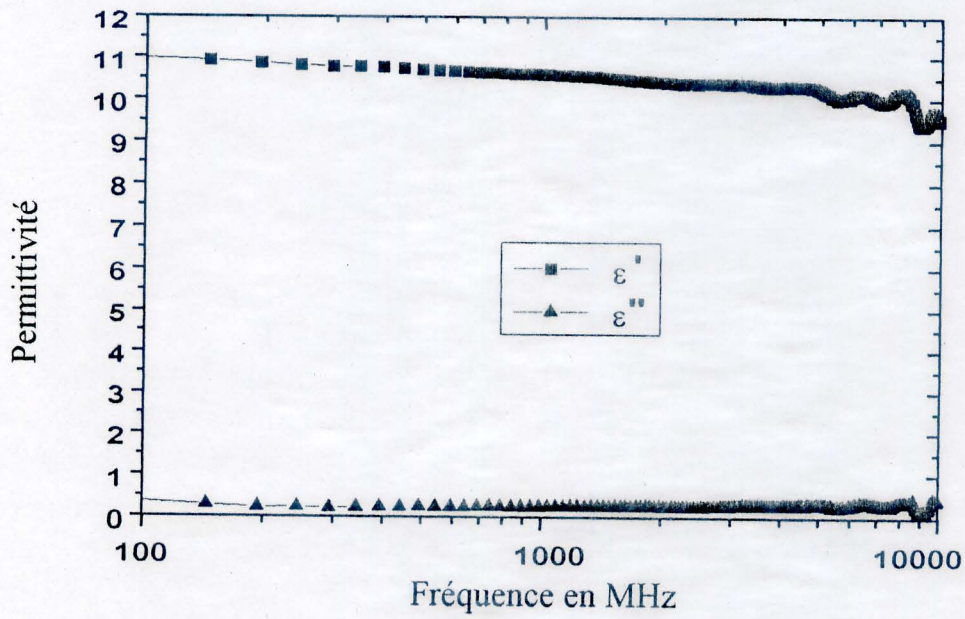


Figure 8 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 35% de BaTiO₃ en volume

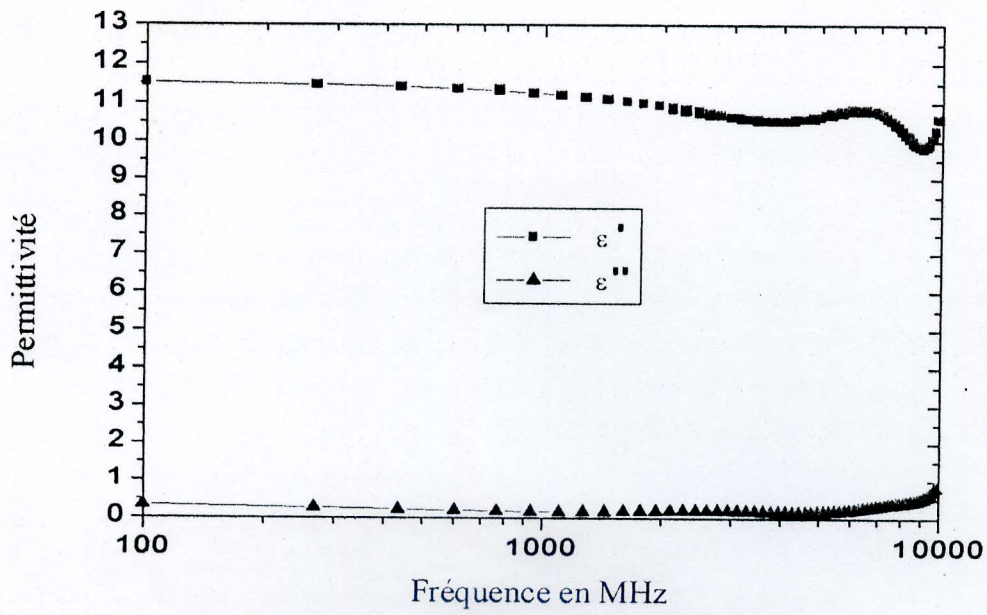


Figure 9 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 40% de BaTiO₃ en volume

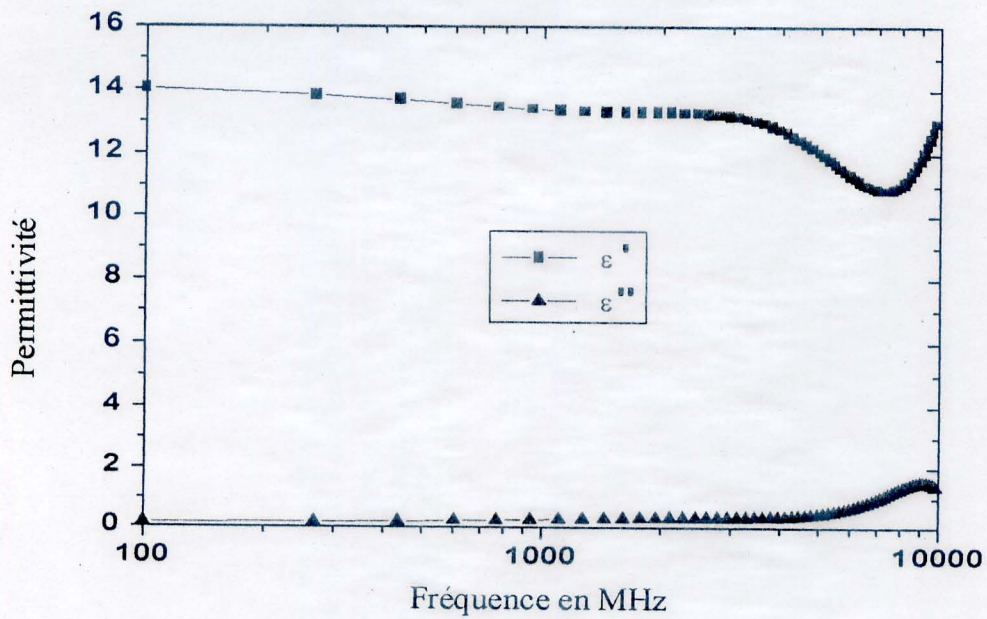


Figure 10 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 45% de BaTiO₃ en volume

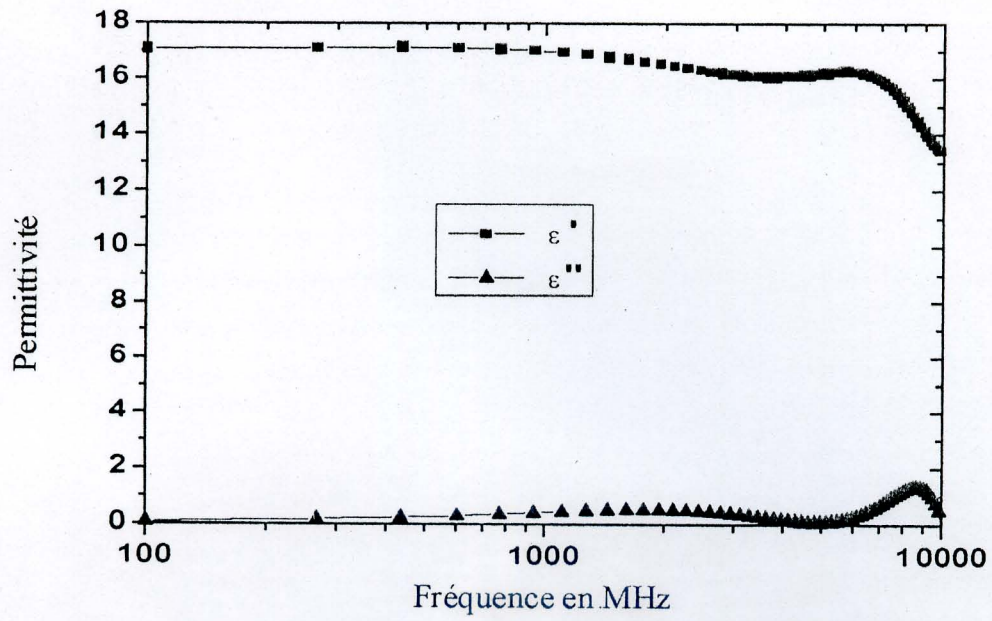


Figure 11 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 50% de BaTiO₃ en volume

II. 1. b Polyester + titanate de strontium

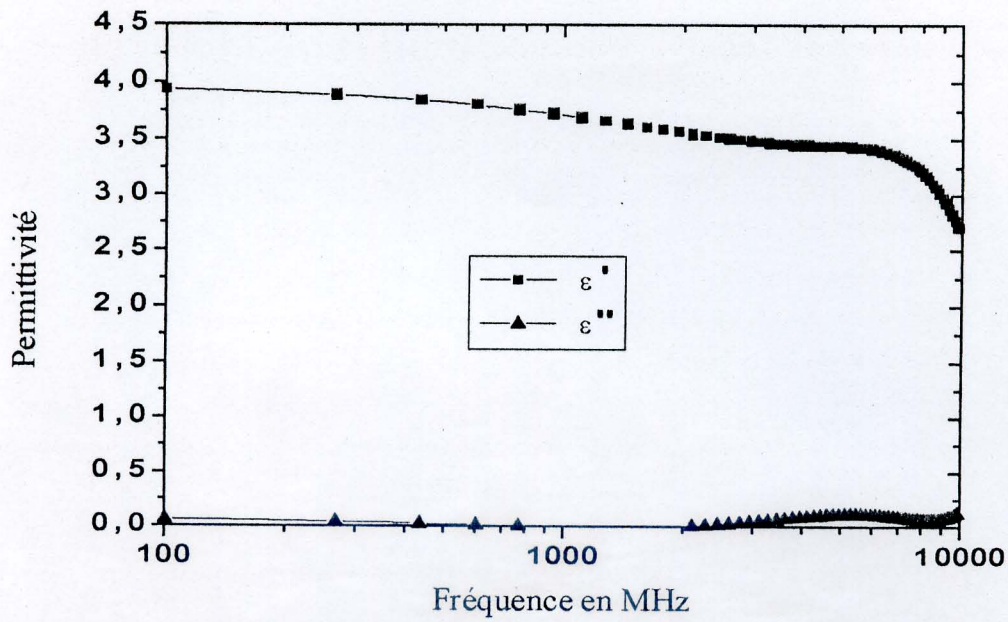


Figure 12 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 5% de SrTiO₃ en volume

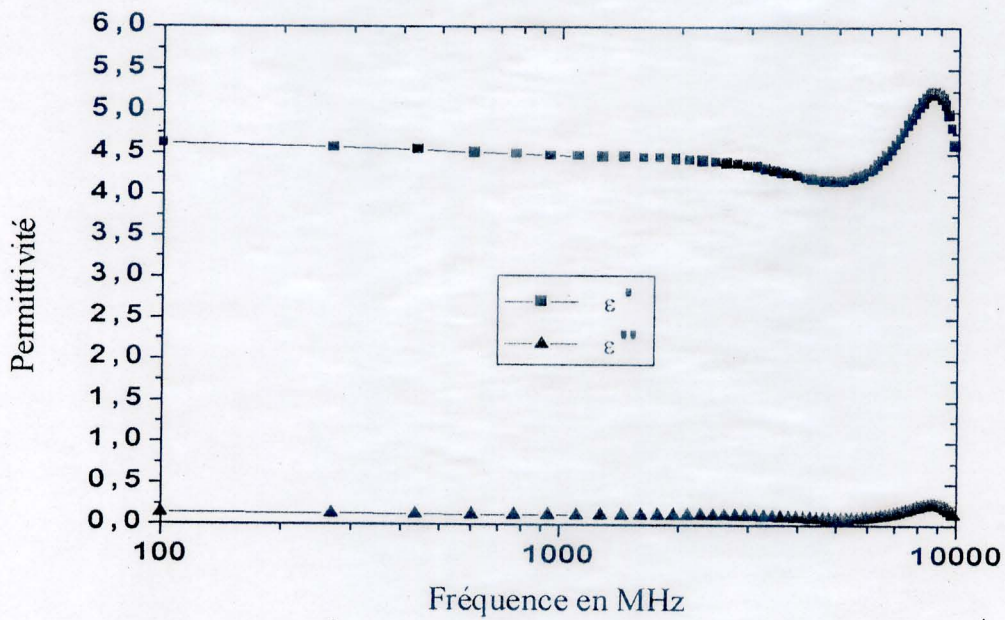


Figure 13 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 10% de SrTiO₃ en volume

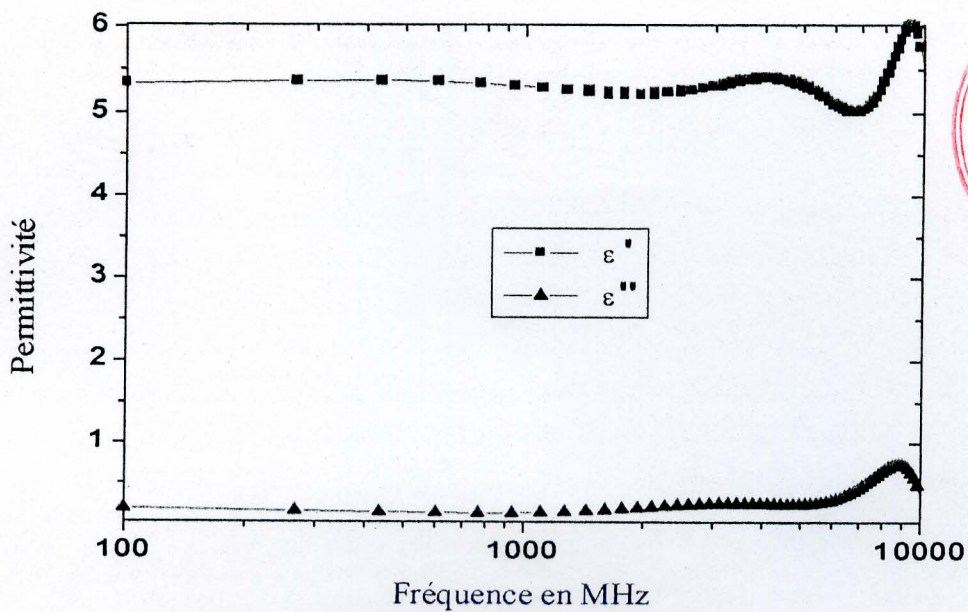


Figure 14 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 15% de SrTiO₃ en volume

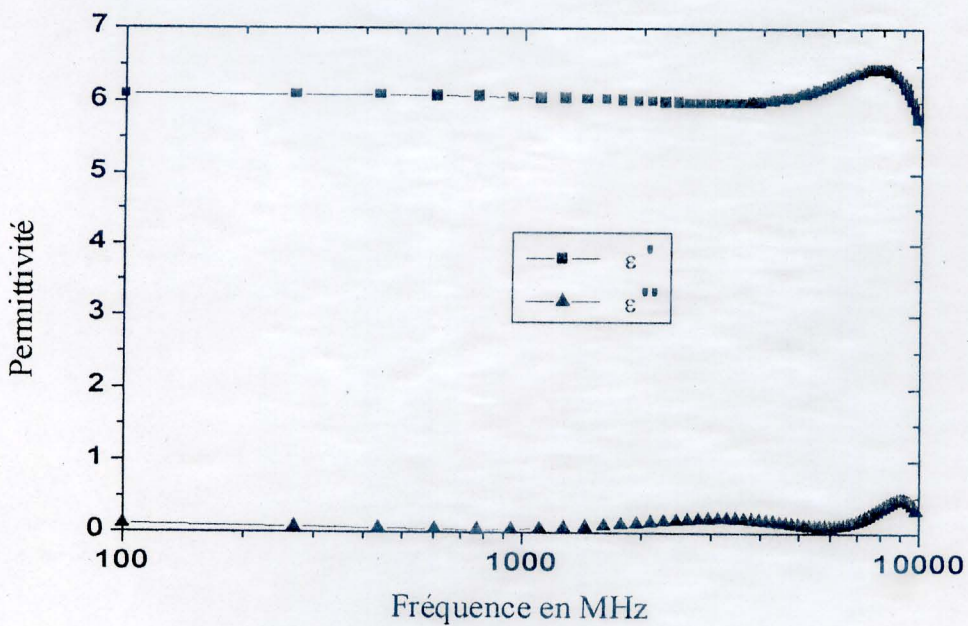


Figure 15 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 20% de SrTiO₃ en volume

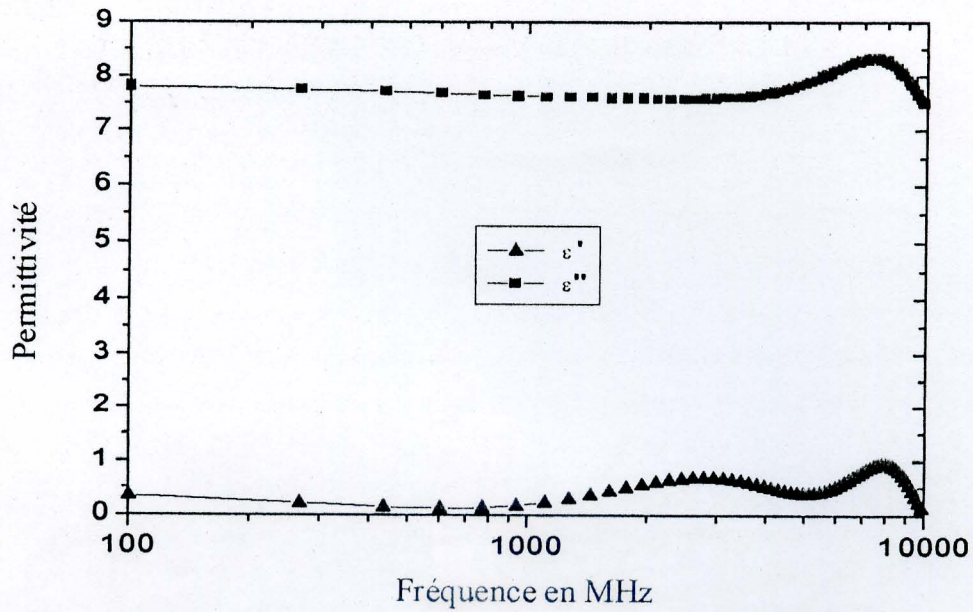


Figure 16 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 25% de SrTiO₃ en volume

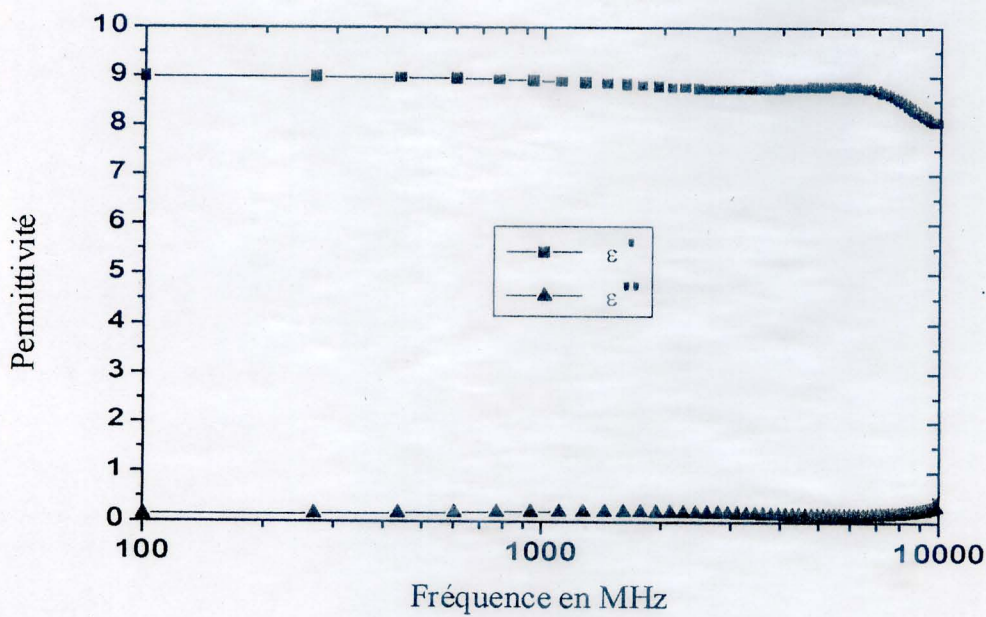


Figure 17 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 30% de SrTiO₃ en volume

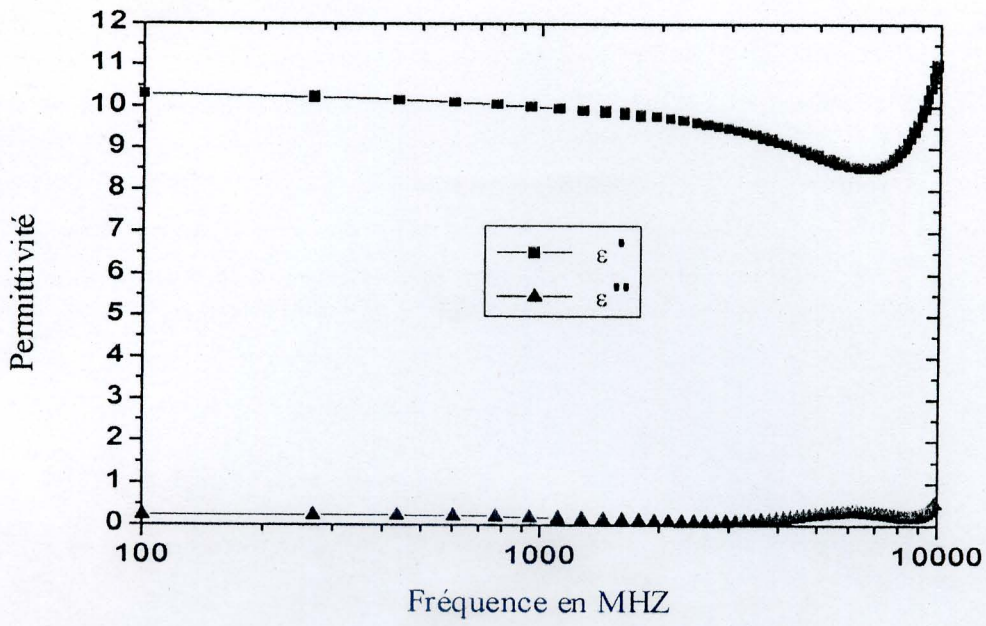


Figure 18 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 35% de SrTiO₃ en volume

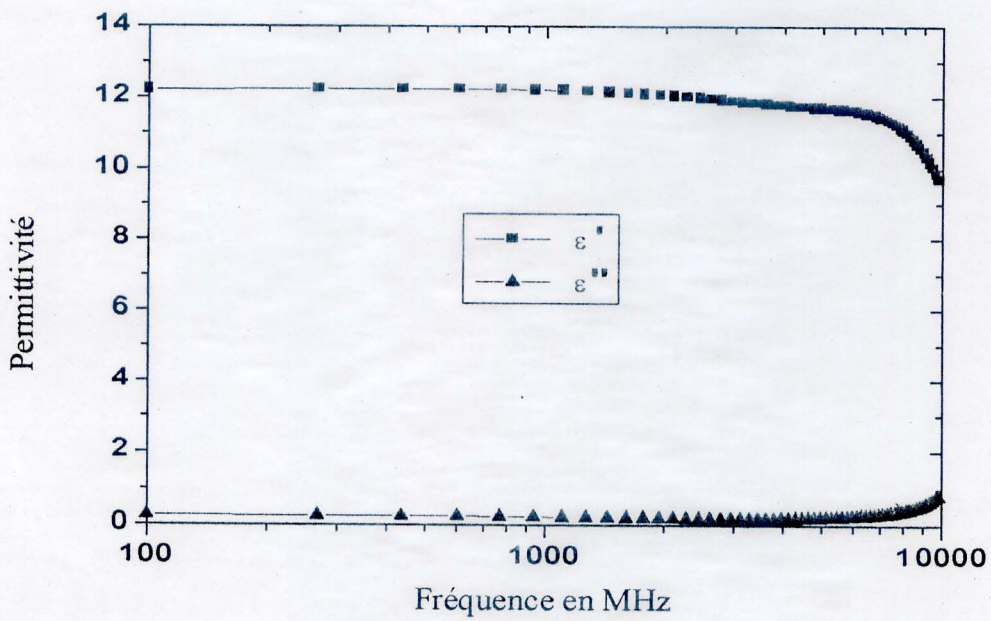


Figure 19 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 40% de SrTiO₃ en volume

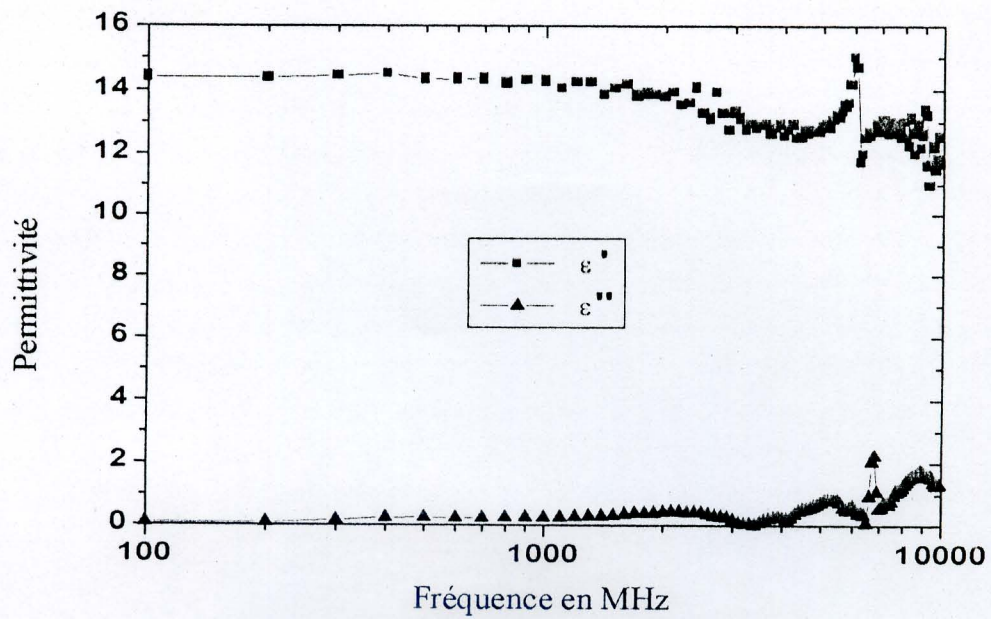


Figure 20 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 45% de SrTiO₃ en volume

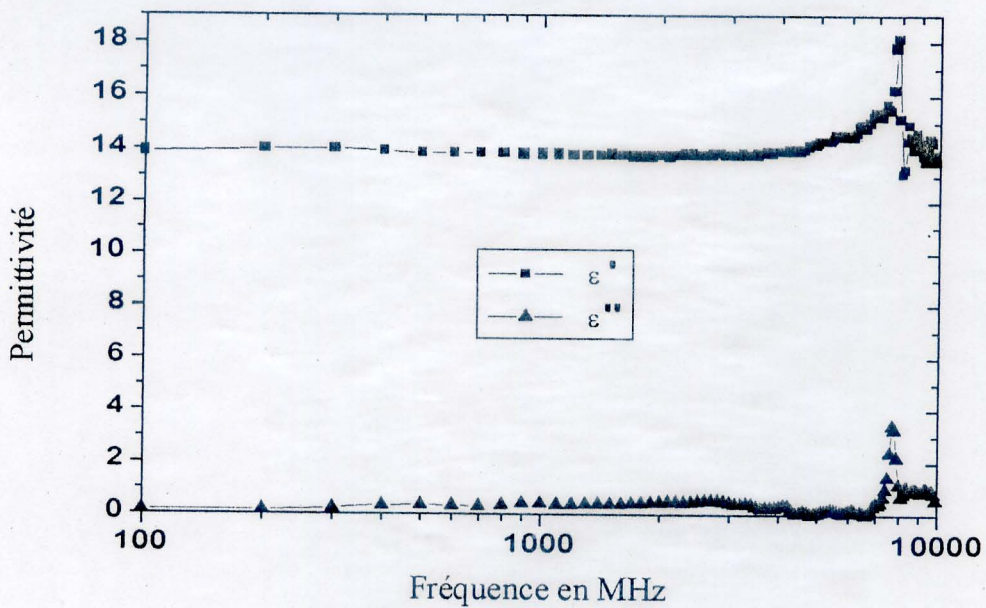


Figure 21 : Permittivité complexe du polyester chargé avec 50% de SrTiO₃ en volume

II. 2 Partie réelle de la permittivité en fonction des fractions volumiques de

a) Titanate de Baryum

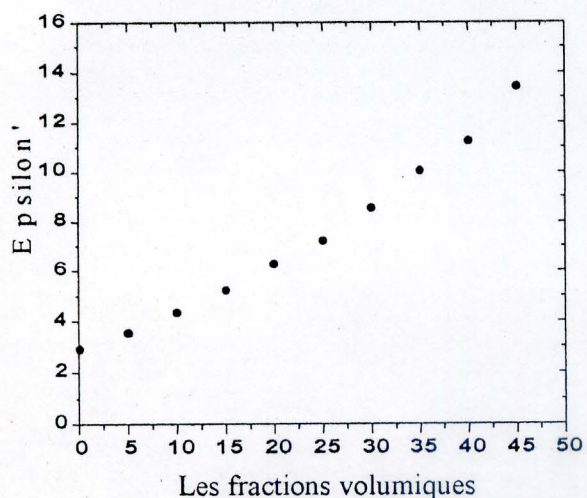


Figure 22 a : Epsilon' en fonction des Fractions volumiques à une fréquence fixe = 1GHz

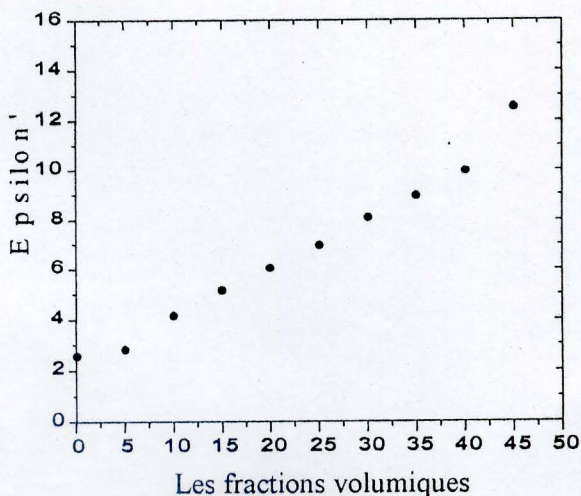


Figure 22 b : Epsilon' en fonction des Fractions volumique à une fréquence fixe = 9,5GHz

b) Titanate de strontium

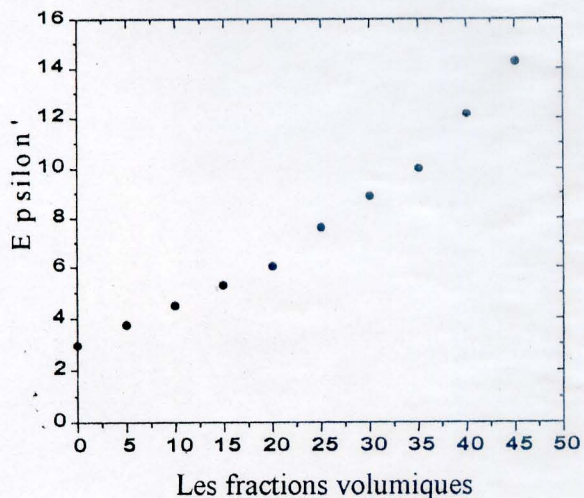


Figure 23 a : Epsilon' en fonction des Fractions volumiques à une fréquence fixe = 1GHz

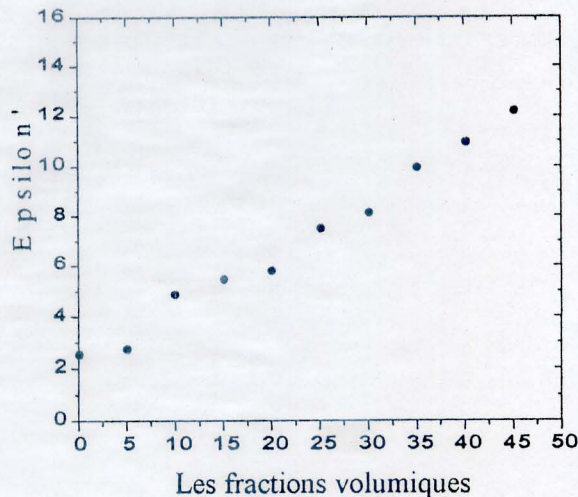


Figure 23 b : Epsilon' en fonction des Fractions volumique à une fréquence fixe = 9,5GHz

Conclusion et interprétation

A partir des résultats que nous venons de présenter nous pouvons déduire ceci :

- 1- La permittivité du polyester pur correspond très bien avec celle donnée théoriquement [50].
- 2- La variation de la permittivité complexe en fonction de la fréquence est très faible.
- 3- Une grande dépendance de la partie réelle de la permittivité par rapport aux fractions volumiques.
- 4- La partie imaginaire (ϵ'') de la permittivité est presque nulle pour toutes les fractions volumiques.
- 5- Pour les faibles fractions volumiques nous remarquons dans la bande [7-10GHz] une forte variation de la permittivité en fonction de la fréquence. Nous pensons que ceci est dû aux problèmes d'usinage, de préparation et aux mauvais contacts entre l'échantillon et le guide[60]. L'effet de ces derniers apparaît aux hautes fréquences parce que la longueur d'onde devient comparable à ces effets.
- 6- Pour les hautes fractions volumiques nous remarquons un genre de pic aux environs de 8 GHz, ceci est dû d'abord aux effets que nous venons de citer et peut être à une résonance géométrique[60] qui est vérifiée par la longueur de l'échantillon, sa permittivité et la fréquence de propagation.
La condition de résonance est $f = f_c$:

Nous avons
$$f_{c111} = \frac{c}{2n} \sqrt{\left(\frac{X'_{11}}{\pi}\right)^2 + \left(\frac{1}{d}\right)^2}$$

Sachant que : $X_{11} = 1,8412$, $n = \sqrt{\epsilon} \cong 4$

d est la longueur de l'échantillon = 4,5 mm.

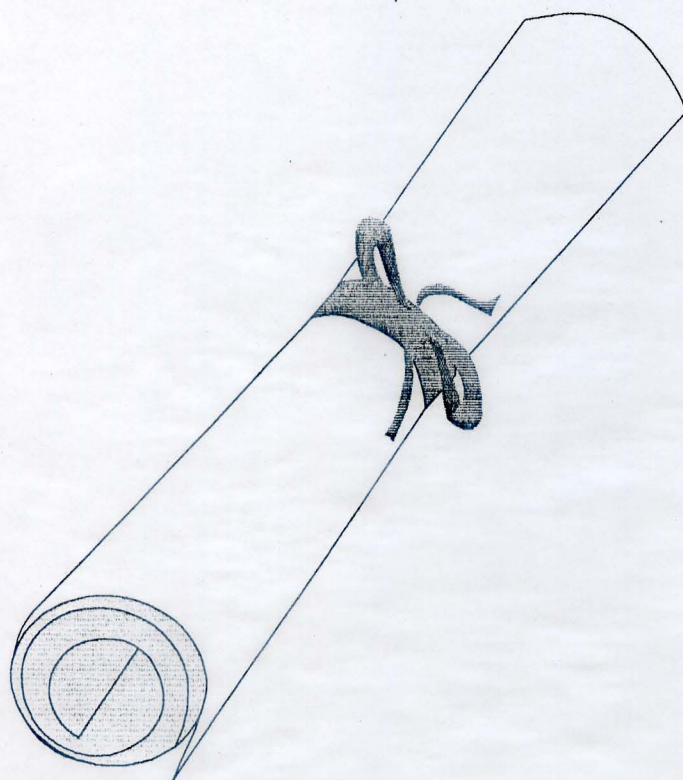
En remplaçant dans l'équation précédente nous pouvons faire l'approximation suivante :

$$f_{c111} \cong \frac{c}{2nd} \cong \frac{3 \times 10^8}{2 \times 4 \times 4,5 \times 10^{-3}} = 8,33 \text{GHz} \cong f.$$

- 7- Pour les hautes fractions volumiques (50%) nous remarquons que la partie réelle de la permittivité du mélange (polyester + BaTiO₃) est plus élevée que celle du mélange (polyester + SrTiO₃), ce qui correspond avec la théorie.

Pour faire une étude complète du comportement de la permittivité complexe en fonction de la fréquence et de la fraction volumique, nous devons d'abord réaliser des fractions volumiques plus élevées puis de corroborer les résultats obtenus avec les différentes lois de mélange. Ceci est parmi les perspectives de notre travail.

Conclusion Générale



Conclusion



Le but de notre travail été d'abord d'étudier la spectroscopie temporelle et les méthodes généralement utilisées, puis d'en faire une application au laboratoire sur des matériaux que nous avons préparés.

En commençant à élaborer ce travail et d'étudier le principe de la spectroscopie temporelle nous avons découvert son intérêt et son avantage qui viennent premièrement du fait qu'elle exploite les caractéristiques fréquentielles d'un échelon de tension de bref temps de montée en utilisant la transformation de Fourier, deuxièmement de l'évolution de l'outil informatique.

Après l'étude que nous avons faite sur les différentes méthodes : La méthode de la première réflexion, Les méthodes à réflexions multiples (CC, LO, CA) et La méthode à transition guide coaxial/guide cylindrique, nous pouvons conclure que, du point de vue calcul, la méthode de la première réflexion permet la détermination de la permittivité complexe $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$ avec un minimum de calcul, contrairement aux autres méthodes qui nécessitent des calculs plus ou moins compliqués. Si nous nous intéressons à la mise en œuvre expérimentale, nous trouvons que cette méthode qui nécessite un minimum de calcul impose des conditions expérimentales difficiles à réalisées, ce qui a rendu son utilisation moins avantageuse par rapport aux méthodes à réflexions multiples.

Mais si nous avons à caractériser des matériaux solides à faible compacité (verres frittés), l'usinage des échantillons à forme toroïdale devient très difficile, ce qui nous a poussé à étudier une autre méthode où l'échantillon est mis dans une cellule cylindrique, ce qui évite ainsi l'usinage des échantillons toroïdaux.

Pour l'étude de cette méthode notre première tâche était d'établir les équations des champs dans les deux standards, afin qu'à partir des équations rendant compte de la continuité des composantes tangentielles des différents champs, on remonte aux expressions de l'admittance à la discontinuité entre les deux standards. Un programme écrit en Borland C permet de faire le calcul de la permittivité complexe pour cette dernière méthode.

Les mesures pratique avec l'équipement TDS sont faites dans un laboratoire de l'Université Bordeaux 1, où nous avons préparé des échantillons à partir du polyester chargé avec le titanate de Baryum $BaTiO_3$ et le titante de Strontium $SrTiO_3$ avec des fractions volumiques allant de 0% à 50% de ces charges par rapport au polyester. Puis nous avons appliqué la méthode de la ligne adaptée pour faire la caractérisation large bande de fréquences (0,1GHz – 10GHz) de ces échantillons que nous avons préparés.

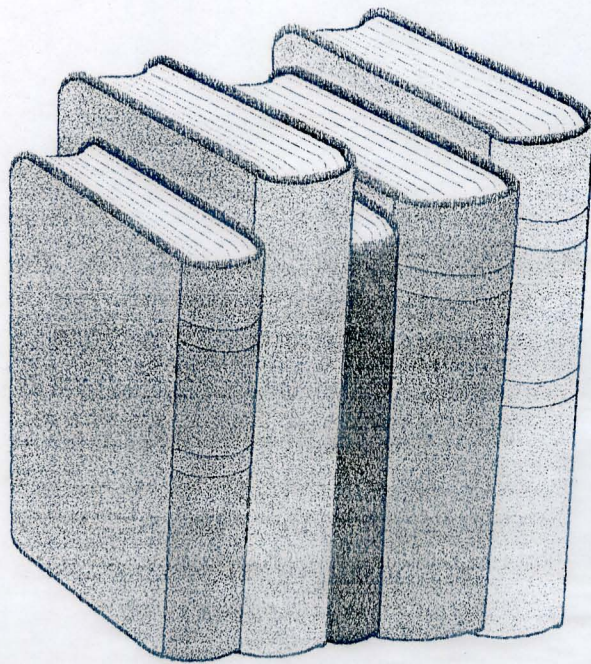
Les résultats que nous avons obtenus sont très satisfaisants et l'influence de la céramique ($BaTiO_3$ et $SrTiO_3$) sur la partie réelle de la permittivité apparaît clairement, car elle varie de 2,9 pour le polyester pur aux environs de 17 pour le polyester chargé avec 50% de $BaTiO_3$ en volume. Une deuxième remarque importante que nous pouvons tirer à partir des résultats obtenus c'est la différence entre la permittivité du Titanate de baryum et celle du Titanate de strontium pour les fortes fractions volumiques, ce qui correspond avec les études qui ont été déjà faites

Plusieurs perspectives, aussi bien théoriques qu'expérimentales se présentent en prolongement à cette étude.

Sur le plan théorique : Développement et application d'autres méthodes de mesure qui ne nécessite pas l'usinage de formes toroïdales et cylindriques, en utilisant les sondes planaires pour les matériaux solides. Comme nous envisageons l'utilisation d'un matériel très large bande, au-delà de 10GHz, permettant ainsi de voir l'éventuelle présence d'une relaxation diélectrique aux fréquences élevées.

Sur le plan pratique : d'autres expérimentations doivent encore être réalisées, telle que la préparation des matériaux à base de céramique avec des hautes fractions volumiques, une bonne homogénéité et un bon usinage afin de minimiser les erreurs pendant la caractérisation.

Bibliographie



Bibliographie

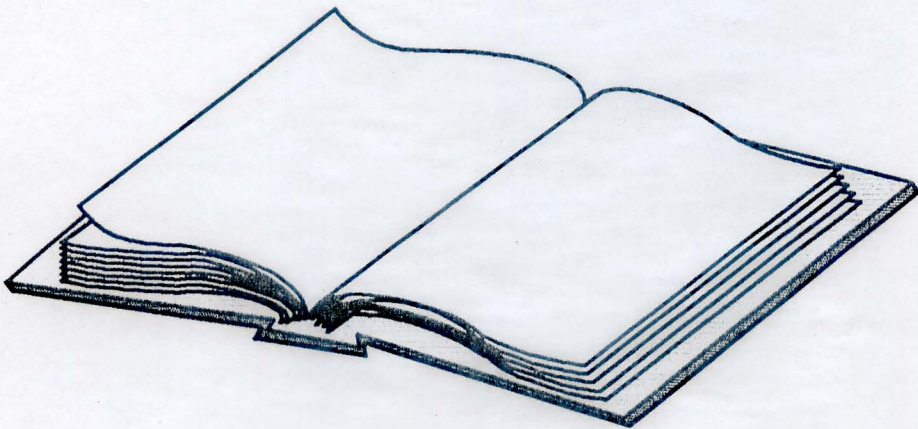
- [1]: A. BOUTAUDON, Thèse de doctorat, université de Bordeaux I, 1996.
- [2]: Y. DUTUIT, Thèse de doctorat, , université de Bordeaux I 1980.
- [3]: A. MERZOUKI, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, Janvier 1992.
- [4]: T. HERIHERI, Thèse de magister, Université de Sétif, Juillet 1996.
- [5]: D. W. DAVIDSON, R. P. AUTY et R. H. COLE, Rev. Scient. Instrum. N°22, p 678, 1951.
- [6]: H. FELLNER-FELDEGG, J. Phys. Chem, N° 73, p 616, 1969.
- [7]: G. A. BREHEM et W. H. STOCKMAYER, J. Phys. Chem, N°77, p 1348, 1973
- [8]: H. W. LOEB, G. M. YOUNG, P. A. QUICKENDEN et A. SUGGET, J. Phys. Chem, N° 75, p 1155, 1971.
- [9]: M. BELLANGER, "Traitement numérique du signal", Masson, 1990.
- [10]: M. KUNT, "Traitement numérique des signaux", Dunod, 3^{ème} édition 1981.
- [11]: A. M. BOTTREAU, Y. DUTUIT et J. MOREAU, J. Phys. Chem, N° 66, p 3331, 1977.
- [12]: J. L. PUEYO, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, Juin 1983.
- [13]: A. BEN-YATOU, "Cours de traitement de signal", IT Oran, 1994.
- [14]: Y. DUTUIT, "La transformation de Fourier discrète en spectroscopie temporelle", Rev Phys. Appl , N°14, pp 639, 1979.
- [15]: W. L GANS, Ecole d'été de Trégor, Lannion, Juillet 1978.
- [16]: A. M. NICOLSON, Electron. Lett, N°9, pp 317, 1973.
- [17]: H. A. SAMULON, "Spectrom Analysis of transient response curves", Proc. Off IRE, Vol 39, pp 175-196, 1951.
- [18]: A. E. BENAOUA, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I.

- [19]: K. M. FIDANBOYLU et M. S. RIAD, "A new time-domain approach for determining the complex permittivity using stripline geometry", IEEE, Trans. Instrum. Meas. Vol. 39, N° 6, December 1990.
- [20]: S. RAMO, "Fields and waves in communication electronics", Jhon Wiley & Sons, 1984.
- [21]: P. F. COMBES, "Ondes métriques et centimétriques", Dunod, 1982.
- [22]: S. A. M. ZEROUK, "Supports de transmission et composants micro-onde", OPU, 1995
- [23]: TANGAY and R. VAILLANCOURT, "Numérique solution of the Dielectric Equations for Coaxial Line", IEEE Tran. Instrum. Meas, Vol. IM-33, N° 2, pp 88-90, June 1984.
- [24]: S. GELINAS, V. N. TRAN and R. VAILLANCOURT, "Global Itérative Solution of Dielectric Spectroscopy Equations", IEEE Tran. Instrum. Meas, Vol. 39, N°4, pp 615-620, August 1990.
- [25]: MATLAB for Windows User's Guide, The Math Works, Inc, December 1991.
- [26]: A. M. BOTTREAU et A. MERZOUKI, CR. Journées S.E.E. Limoges, p 258, 1991.
- [27]: J. R. WHINNERY, H. W. JAMIESON et THEO ELOISE ROBINS, "Coaxial-Line Discontinuities", Proc. IRE, vol. 32, pp. 695-709, November 1944.
- [28]: N. MARCUVITZ, "Waveguide handbook", Mc Graw Hill, 1951.
- [29]: A. M. BOTTREAU et A. MERZOUKI, IEEE, Trans. Instrum. Meas., Vol 42, N° 5, pp 899-905, Oct 1993.
- [30]: A. MERZOUKI, M. A. YESSAD et D. HAMZAOU, Journal of IEEA, Vol 1, N° 1, pp 12-17, December 1997.
- [31]: S. BRETON, Ph. GELIN, S. TOUTAIN, Y BAZIARD et A. GOURDENNE, Revue Phys. Appl, N° 23 pp 1249-1252, juillet 1988.
- [32]: E. ARGENCE et Th. KAHAN, "Théorie des guides et cavités électromagnétiques", Dunod, Paris, 1964.
- [33]: N. E. BELHADJ-TAHAR et A. FOURIER-LAMER, "Broad band Analysis of a Coaxial Discontinuity Used for Dielectric Measurements", IEEE – MTT 43, N° 3, p 346, Mar. 1986.

- [34]: N. E. BELHADJ-TAHAR et A. FOURIER-LAMER, *L'onde électrique*, pp 50-59, Janv. 1988.
- [35]: N. E. BELHADJ-TAHAR et A. FOURIER-LAMER, "Broad-band Simultaneous Measurement of Complex Permittivity Tensor for Uniaxial or Isotropic Materials Using a Coaxial Discontinuity", *IEEE – MTT*, Vol. 39, N° 10, Oct 1991.
- [36]: N. E. BELHADJ-TAHAR et A. FOURIER-LAMER, *J. Electromg. Waves. & Appl.*, Vol 6, N° 9, p 1225, 1992
- [37]: A. MERZOUKI, Thèse d'état és sciences physiques, Université de constantine, 1993.
- [38]: A. M. BOTTREAU et A. MERZOUKI, *CR. Journées S.E.E, Limoges*, p 78, 1991.
- [39]: A. M. BOTTREAU et A. MERZOUKI, *CR. 11° Coll. O.H.D, Tunis*, p 285, 1991.
- [40]: A. M. BOTTREAU, A. MERZOUKI, J. MENARD et O. BLONDEL, *JCMM, Arcachon, VA4*, 1992.
- [41]: A. M. BOTTREAU, A. BOUTAUDON et A. MERZOUKI, 13^{ème} Coll. O. H. D, Espagne, p 200, 1995.
- [42]: O. TANTOT, M. CHATARD-MOULIN et P. GUILLON, "Measurement of Complex Permittivity and Permeability and Thickness of Multilayered Medium by an Open-Ended Waveguide Method", *IEEE, Trans. Instrum. Meas*, Vol. 46, N° 2, pp 519-521 April 1997.
- [43]: B. A. GALWAS, J. K. PIOTROWSKI et J. SKULSKI, "Dielectric Measurements Using a Coaxial Resonator Opened to a Waveguide Below Cut-Off", *IEEE, Trans. Instrum. Meas*, Vol. 46, N° 2, pp 511-514, April 1997.
- [44]: J. P. GRANT, R. N. CLARKE, G. T. SYMM et N. M SPYROU, "A critical study of the open-ended coaxial line sensor technique for RF and microwave complex permittivity measurements", *J. Phys*, pp 757-769, March 1989.
- [45]: P. DE LANGHE et K. BLOMMME, "Measurement of Low-Permittivity Materials Based on Spectral-Domain Analysis for the Open-ended Coaxial Probe", *IEEE, Trans. Instrum. Meas*, Vol. 42, N° 5, October 1993.
- [46]: C. L. LI et K. M. CHEN, "Determination of Electromagnetic Properties of Materials Using Flanged Open –Ended Coaxial Probe Full-Wave Analysis", *IEEE, Trans. Instrum. Meas*, Vol. 44, N° 1 February 1995.

- [47]: V. SMIRNOV, "Cours de mathématiques supérieurs", OPU, 1988.
- [48]: Y. AYANT et M. BORG, "Fonctions spéciales", Dunod, 1971.
- [49]: R. HACHMANI, "Manuel d'utilisation du langage C", IT Oran, 1992.
- [50]: Arthur R. von HIPPEL, "Les diélectriques et leurs applications", Dunod, Paris, 1961.
- [51]: J. C. DUBOIS, "Diélectriques plastiques", Technique de l'ingénieur, pp E 1850-1 E 1850-20.
- [52]: F. J. M. HAUSSONNE, "Céramiques pour composants électroniques", Techniques de l'ingénieur, pp E 1820-1 E1820-16.
- [53]: J. B. BIRKS et J. H. SCHULMAN, "Progress in dielectrics", Volume2, LONDON HEYWOOD & COMPANY LTD, 1960.
- [54]: J. B. BIRKS, "Moderne dielectric materials", LONDON HEYWOOD & COMPANY LTD, 1960.
- [55]: S. BAAZIZI, Thèse de Magister, Institut d'électronique, Université de Sétif, Juin 1996.
- [56]: F. EYRAUD, Thèse de doctorat, Université de Claude Bernard – Lyon 1, France, Mai 1995.
- [57] D. C MILES et J. H. BRISTON, "Technologie des polymères", DUNOD, Paris 1968.
- [58]: F. EPRON-COGNET, Thèse de doctorat présentée l'Université Pierre et Marie Curie, France, Décembre 1991.
- [59]: L. BENZIADA-TAIBI, Thèse d'état ès Sciences chimique, présenté à l'U.S.T.H.B., Février 1987.
- [60]: F. GARDIOL, "Hyperfréquences", Edition GEORGI, 1981.

Annexe



Nouvelle Méthode de Mesure Pour la Caractérisation des Matériaux Diélectriques Solides en Hyperfréquences par Spectroscopie Temporelle

A. MERZOUKI, M.A. YESSAD, D. HAMZAOUI

Institut d'électronique
Université Ferhat Abbas, Sétif

A.M. BOTTREAU

Laboratoire PIOM Université de Bordeaux I
Avenue Pey Berland, BP 108 - 33402 Talence Cedex FRANCE

Résumé

Le travail que nous allons présenter consiste à faire l'étude d'une nouvelle méthode pour la caractérisation en hyperfréquences des matériaux solides, en utilisant la spectroscopie en domaine de temps TDS. L'étude de cette méthode est faite pour remédier aux difficultés d'usinage des matériaux à forme toroïdale exigée par les méthodes classiques. La méthode ici proposée, est caractérisée par une transition d'un guide coaxial vers un guide cylindrique où on met l'échantillon. Pour faire l'étude de cette structure, on exploite la continuité des champs transversaux à l'interface. Le problème direct consiste à la détermination de l'admittance Y au niveau de l'interface en fonction de la permittivité du matériau, dans le problème inverse on calcule la permittivité complexe ϵ^ à partir de l'admittance complexe mesurée. Quelques exemples sont donnés pour vérifier la validité de cette méthode, en utilisant le logiciel qu'on a développé dans notre laboratoire.*

Abstract

The authors give a study of a new method to characterise solid materials in super high frequencies, by time domain spectroscopy. This study is given to remedy to the difficulties of manufacturing materials at toroidal form, required by classic methods. The proposed method is characterised by a transition from coaxial to circular wave guide, where the sample is put. To study this structure, we exploit transverse fields continuity at the interface. The direct problem is to determine the admittance Y at the interface, in function of the material's permittivity, the inverse problem is to calculate the complex permittivity ϵ^ , having the measured complex admittance. Some examples are given to check the validity of this method, using the software we have developed in our laboratory.*

Mots clés

Caractérisation, Permittivité, Modes d'ordre supérieur, Traitement du signal, Spectroscopie temporelle, Discontinuité, Admittance.

1. Introduction

Dans l'étude de la propagation guidée dans la matière, la méthode de mesure de la permittivité complexe dans le domaine fréquentiel, constitue un important domaine d'investigation. Le suivi des variations en fréquence de la permittivité exigeait la mise en oeuvre de diverses techniques qui permettaient généralement des mesures à fréquences fixes ou sur une bande réduite pour un type de matériau donné. Des améliorations importantes ont été apportées, mais l'adaptation en fréquence de la cellule limite encore la plupart du temps ces études.

Pour résoudre ces problèmes, nous avons été conduits à appliquer la spectroscopie temporelle TDS sur une cellule large bande (100MHz - 10GHz) en utilisant une méthode de discontinuité guide coaxial-guide cylindrique, le résultat est nettement meilleur [3].

2. Définition du problème

Plusieurs méthodes classiques ont été utilisées pour la caractérisation des matériaux hétérogènes solides, mais

les difficultés d'usinage des échantillons à forme toroïdale nous a poussés à travailler sur une méthode de transition utilisant une ligne coaxiale 50 Ω terminée par une cellule circulaire de même diamètre. Le problème à résoudre revient à exprimer les champs électriques et magnétiques dans chaque structure coaxiale et cylindrique et à les raccorder au niveau de la discontinuité [1][2].

3. Principe de base de la TDS

La technique de la spectroscopie en domaine de temps consiste à faire propager dans une ligne sans pertes un échelon de tension à temps de montée très bref (30 ps) et d'en étudier la réflexion qu'il peut avoir sur un matériau placé dans cette ligne. Le système expérimental est représenté sur la figure 1.

Le changement d'impédance à l'interface sera l'origine d'une réflexion qui reviendra vers la tête d'échantillonnage (HP 54121), l'oscilloscope à échantillonnage enregistre la somme algébrique du signal incident et du signal réfléchi qui sera traitée par un système informatique (HP 9000), le signal obtenu est la

convolution de la fonction désirée par la fonction apparente $A(t)$ [1][5][7].

TF

$$V(t) = R(t) * A(t) \implies V(\omega) = R(\omega) \cdot A(\omega) \quad (1)$$

Ce qui permettra d'obtenir $A(\omega) = \frac{V(\omega)}{R(\omega)}$ connaissant

$R(\omega)$.

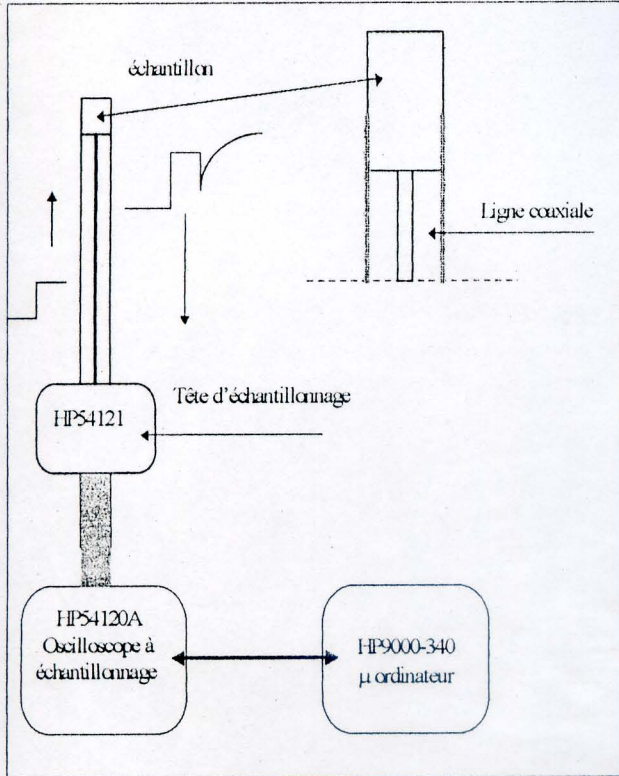


Fig 1 Diagramme général de l'équipement TDS

TF

$$V_0(t) = H_0(t) * V(t) \implies V_0(\omega) = H_0(\omega) \cdot V(\omega) \quad (2)$$

Où $R(\omega)$ est le coefficient de réflexion et $H_0(\omega)$ est la référence ligne ouverte, puis un traitement du signal associé consiste à déconvoluer le signal utile (coefficient de réflexion) du signal de référence, ce qui permet d'obtenir le module et la phase du coefficient de réflexion, donc de déterminer ϵ du matériau à étudier. Le coefficient de réflexion mesuré est donné par:

$$R_m(\omega) = \frac{V(\omega)}{V_0(\omega)} = \frac{R(\omega)}{R_0(\omega)} \quad (3)$$

On déduit l'admittance mesurée.

$$Y_m(\omega) = \frac{1 - R_m(\omega)}{1 + R_m(\omega)} = \frac{R_0(\omega) - R(\omega)}{R_0(\omega) + R(\omega)} \quad (4)$$

$$= \frac{Y(\omega) - Y_0(\omega)}{Y(\omega) + Y_0(\omega)}$$

Pour le calcul du spectre, on utilise la TFD, le signal traité est vu à travers une fenêtre d'intégration qui en limite la

durée, la TFD traitera le produit du signal par une fenêtre temporelle rectangulaire dite fenêtre d'observation d'un temps $T = N \cdot \Delta t$ et d'amplitude unité.

Pour éviter l'effet de troncature, trois méthodes ont été proposées pour traiter un signal en échelon par la TFD sans troncature.

3.1 Méthode de GANS:

Consiste à inverser le signal temporel original, lui ajouter une constante et lui faire subir une translation de valeur T afin de constituer avec le signal original un nouveau signal dont la durée est double et possédant une valeur initiale et finale identiques.

3.2 Méthode de NICOLSON:

Pour cette méthode il faut soustraire une rampe $r(t)$ de la fonction originale $V(t)$ puis à calculer la TFD de cette différence.

La rampe est définie par: $r(k\Delta t) = (k/N) \cdot V(NT)$

Le spectre est donné par:

$$N(n/N\Delta t) = \Delta t \sum_{k=0}^{N-1} [V(k\Delta t) - r(k\Delta t)] e^{-j \frac{2\pi kn}{N}} \quad (6)$$

3.3 Méthode de SAMULON:

Cette méthode, appelée aussi méthode de la courbe dérivée, consiste à calculer la TFD de la dérivée du signal original qui est définie par.

$$\Delta V(\omega) = \text{TFD}[V(k\Delta t) - V(k-1)\Delta t]$$

$$= \Delta t \sum_{k=1}^N [V(k\Delta t) - V(k-1)\Delta t] \cdot e^{-j\omega k\Delta t} \quad (7)$$

Avec $V(k\Delta t) = V_0(k\Delta t) = 0$ pour $k=0$ et $V(k\Delta t) = V_0(k\Delta t) = V_0$ pour $k \geq N$, où N est le nombre d'échantillons.

Ceci donne:

$$\Delta V(\omega) = [1 - \exp(-j\omega\Delta t)] \cdot \text{TFD}[V(k\Delta t)] \quad (8)$$

$$\Delta V_0(\omega) = [1 - \exp(-j\omega\Delta t)] \cdot \text{TFD}[V_0(k\Delta t)] \quad (9)$$

On obtient:

$$R_m(\omega) = \frac{\text{TFD}[V(k\Delta t)]}{\text{TFD}[V_0(k\Delta t)]} = \frac{\Delta V(\omega)}{\Delta V_0(\omega)} \quad (10)$$

$$Y(\omega) = \frac{Y_0(\omega) + Y_m(\omega)}{1 + Y_0(\omega)Y_m(\omega)} \quad (11)$$

Ces trois méthodes conduisent à des résultats identiques, cependant nous prendrons comme critères de choix, la facilité de mise en oeuvre et la considération sur la dynamique du signal. Pour cela on a utilisé la méthode de Samulon suite à sa bonne dynamique des signaux transformés et sa facilité de mise en oeuvre, ce ci est au détriment d'une légère diminution du rapport signal sur bruit [5].

4. Etude et modélisation de la cellule cylindrique.

Dans le cas de mesures en hautes fréquences, la cellule typique de caractérisation diélectrique des matériaux solides, à large bande de fréquence, est la cellule cylindrique dans laquelle l'échantillon est placé au bout de la ligne coaxiale. Elle est représentée sur la figure 2.

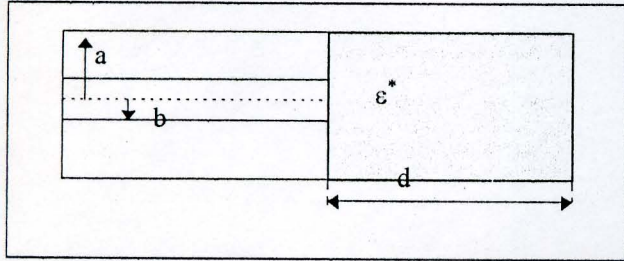


Fig 2 Géométrie de la cellule

La partie active de la cellule est constituée par une discontinuité *guide coaxial-guide cylindrique*, le dépouillement des mesures nécessite une étude électromagnétique de la discontinuité afin de relier le coefficient de réflexion mesuré à la permittivité complexe du matériau.

Pour faire l'étude de cette structure, on la divise en deux régions A et B (fig 3).

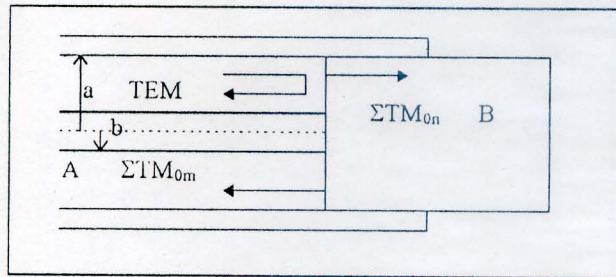


Fig 3 Structure de la cellule

La région A est remplie par l'air, tandis que la région B est remplie par un matériau non magnétique avec une permittivité complexe ε*.

Dans la ligne coaxiale c'est le mode TEM qui se propage, à l'interface nous aurons dans le coté de l'échantillon l'apparition des modes TM_{0n} cylindriques évanescents.

Comme les champs transversaux sont continus à l'interface, les modes évanescents TM_{0n(m)} ont la même configuration cylindrique que le mode TEM, c'est pourquoi ils assurent la continuité de ce mode dans la région B et par continuité, dans la région A.

Les modes TE sont exclus des équations, compte tenu de leur configuration cylindrique différente.

Le développement modal des modes TM dans la région A donne [5][6]:

$$E_{zA} = \sum_{m=1}^{\infty} A_m \frac{k_{Am}}{\gamma_{Am}} Z_0(k_{Am}r) \exp(-\gamma_{Am}z) \quad (11)$$

$$E_{ra} = \frac{1}{r} A_0 [\exp(jk_0z) + \rho \exp(-jk_0z)] + \sum_{m=1}^{\infty} A_m Z_1(k_{Am}r) \exp(-\gamma_{Am}z) \quad (12)$$

$$H_{\phi a} = \frac{1}{r} y_{A0} A_0 [\exp(jk_0z) - \rho \exp(-jk_0z)] \quad (13)$$

Où ρ est le coefficient de réflexion à z=0 du mode incident TEM et

$$y_{A0} = -\sqrt{\frac{\epsilon_0}{\mu_0}}, y_{Am} = j \frac{\omega \epsilon_0}{\gamma_{Am}}, \gamma_{Am} = k_{Am} \sqrt{1 - \left(\frac{k_0}{k_{Am}}\right)^2} \quad (14)$$

Z₀ et Z₁ représentent respectivement, les combinaisons des fonctions de Bessel de première et de seconde espèce avec:

$$Z_1(k_{Am}r) = J_1(k_{Am}r) + G_{Am} N_1(k_{Am}r) \quad \text{où} \quad G_{Am} = -\frac{J_0(k_{Am}a)}{N_0(k_{Am}a)} = -\frac{J_0(k_{Am}b)}{N_0(k_{Am}b)} \quad (15)$$

Dans la cellule cylindrique les modes TM_{0n} sont donnés par :

$$E_{zB} = \sum_{n=1}^{\infty} B_n \frac{k_{Bn}}{\gamma_{Bn}} J_0(k_{Bn}r) \exp(-\gamma_{Bn}z) \quad (16)$$

$$E_{rB} = \sum_{n=1}^{\infty} B_n J_1(k_{Bn}r) \exp(\gamma_{Bn}z) \quad (17)$$

$$H_{\phi B} = \sum_{n=1}^{\infty} B_n y_{Bn} J_1(k_{Bn}r) \exp(\gamma_{Bn}z) \quad (18)$$

$$\text{Où } \gamma_{Bn} = k_{Bn} \sqrt{1 - \left(\frac{k_0 \sqrt{\epsilon^*}}{k_{Bn}}\right)^2} \quad \text{et } \epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (19)$$

Les coefficients k_{Am} et k_{Bn} sont des constantes déterminées par les conditions aux limites.

J₀[k_{Bn}a] = 0 dans le guide cylindrique et Z₀[k_{Am}a] = Z₀[k_{Am}b] = 0 dans le guide coaxial.

Les conditions de continuité des champs pour z=0 sont :

$$E_{rB}=0 \quad \text{pour } 0 < r < b \quad \text{et} \quad E_{rA}=E_{rB}, \quad H_{\phi B}=H_{\phi A} \quad \text{pour } b < r < a, \quad \text{il vient.}$$

$$\sum_{n=1}^{\infty} B_n J_1(k_{Bn}r) = \frac{1}{r} A_0 (1 + \rho) + \sum_{m=1}^{\infty} A_m Z_1(k_{Am}r) \quad \sum_{n=1}^{\infty} B_n y_{Bn} J_1(k_{Bn}r) = \frac{1}{r} y_{A0} A_0 (1 - \rho) + \sum_{m=1}^{\infty} A_m y_{Am} Z_1(k_{Am}r) \quad (20)$$

Pour résoudre un tel système d'équations nous utilisons les propriétés d'orthogonalité des équations de Bessel et nous appliquons les conditions aux limites. Après un certain calcul mathématique, nous trouvons l'équation de l'admittance réduite Y = y_d / y₀, où y_d est l'admittance à l'interface.

$$Y = \frac{1}{\ln \frac{a}{b}} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{B_n}{A_0 k_{Bn} (1+\rho)} \frac{y_{Bn}}{y_{A0}} J_0(k_{Bn} b) \quad (21)$$

Dans toutes ces équations B_n , A_m et A_0 sont des inconnus que nous essayons d'éliminer durant le calcul de Y . Pour cela on pose [1][2][3][4]:

$B_n = B(n)$ et $A_m = A(m)$ on obtient:

$$\frac{B(n)}{k_B(n) A_0 (1+\rho)} = \frac{2J_0(k_B(n)b)}{k_B^2(n) a^2 J_1^2(k_B(n)a)} \times \left[1 - b \sum_{m=1}^{\infty} \frac{A(m)}{A_0 (1+\rho)} \frac{Z_1(k_A(m)b)}{k_A^2(m)} - 1 \right] \quad (22)$$

$$\frac{A(m)}{A_0 (1-\rho)} \frac{y_A(m)}{y_{A0}} \frac{[a^2 Z_1^2(k_A(m)a) - b^2 Z_1^2(k_A(m)b)]}{2} = -b \sum_{n=1}^{\infty} \frac{B(n)}{A_0 (1-\rho) k_B(n)} \frac{y_B(n)}{y_{A0}} \frac{Z_1(k_A(m)b) J_0(k_B(n)b)}{k_A^2(m) - k_B^2(n)} \quad (23)$$

si on pose:

$$\beta(j) = \frac{B(j)}{A_0 k_B(j) (1+\rho)} \quad \text{et} \quad \alpha(i) = \frac{A(i)}{A_0 (1-\rho)} \quad (24)$$

$$\gamma(j) = \frac{2J_0(k_B(j)b)}{k_B^2(j) a^2 J_1^2(k_B(j)a)} \quad (25)$$

$$b(j, i) = \gamma(j) b \frac{Z_1[k_A(i)b]}{\left(\frac{k_A(i)}{k_B(j)}\right)^2 - 1} \quad (26)$$

de l'équation (22) nous pouvons écrire:

$$\alpha(i) = \frac{y_{A0}}{y_A(i)} \frac{-2b}{a^2 Z_1^2[k_A(i)a] - b^2 Z_1^2[k_A(i)b]} \sum_{k=1}^{\infty} \beta(k) \frac{y_B(k)}{y_{A0}} \frac{Z_1[k_A(i)b] J_0[k_B(k)b]}{\left(\frac{k_A(i)}{k_B(k)}\right)^2 - 1} \quad (27)$$

$$a(i, k) = \frac{y_{A0}(k)}{y_{A0}} \frac{-2b}{a^2 Z_1^2[k_A(i)a] - b^2 Z_1^2[k_A(i)b]} \times \frac{Z_1[k_A(i)b] J_0[k_B(k)b]}{\left(\frac{k_A(i)}{k_B(k)}\right)^2 - 1} \quad (28)$$

$$\alpha(i) = \sum_{k=1}^{\infty} a(i, k) \beta(k) \quad (29)$$

$$g(j) = b(j) + \sum_{k=1}^{\infty} b(j, i) a(i) = b(j) + \sum_{i=1}^{\infty} b(j, i) \sum_{k=1}^{\infty} a(i, k) \beta(k) \quad (30)$$

$$\delta(j, k) = \sum_{i=1}^{\infty} b(j, i) a(i, k) \quad (31)$$

$$\gamma(j) = \beta(j) + \sum_{k=1}^{\infty} \delta(j, k) \beta(k) = \sum_{k=1}^{\infty} \delta_1(j, k) \beta(k) \quad (32)$$

avec

$$\delta_1(j, k) = \delta(j, k) \quad \text{pour } j \neq k \quad (33)$$

$$\delta_1(j, k) = 1 + \delta(j, k) \quad \text{pour } j = k \quad (34)$$

$$[\beta] = [\delta_1]^{-1} [\gamma]$$

$$Y = \frac{1}{\ln \frac{a}{b}} \sum_{k=1}^{\infty} \beta(k) \frac{y_B(k)}{y_{A0}} J_0[k_B(k)b] \quad (35)$$

4.1 Le problème direct

Le problème direct commence par la détermination des quantités k_{Am} et k_{Bn} qui sont obtenues par itérations à partir d'une subroutine calculant les fonctions de Bessel d'ordre zéro et un, de première et seconde espèce (J_0, J_1, N_0, N_1). Ces fonction sont programées sous forme de séries, en appliquant des approximations trigonométriques pour les grandes valeurs.

Connaissant les valeurs de k_{Am} et k_{Bn} , nous pouvons calculer les fréquences de coupures des modes évanescents TM_{0m} et TM_{0n} dans le guide coaxial et cylindrique respectivement:

$$f_{cA} = \frac{ck_{kA}(m)}{2\pi} \quad \text{et} \quad f_{cB}(n) = \frac{ck_{kB}(n)}{2\pi}$$

Nous remarquons que les fréquences des modes TM_{0m} sont sensiblement du même ordre que celles des modes TM_{0n} avec $n=2m$, ce qui implique une contribution plus importante des modes d'ordre supérieurs cylindriques par rapport aux modes d'ordre supérieurs coaxiaux.

4.2 Le problème inverse

Il consiste à calculer à partir de l'admittance complexe mesurée Y_m , la permittivité complexe ϵ^* .

$$\delta_1 = [R\delta_1] + j[I\delta_1] \quad \text{et} \quad [\beta] = [R\beta] + j[I\beta] \\ [\gamma] = [R\delta_1][R\beta] - [I\delta_1][I\beta] \quad (37)$$

et

$$0 = [R\delta_1][I\beta] + [I\delta_1][R\beta] \quad (38)$$

$$[I\beta] = -[R\delta_1]^{-1}[I\delta_1][R\beta] \quad (39)$$

$$[\gamma] = [R\delta_1][R\beta] + [I\delta_1][R\delta_1]^{-1}[I\delta_1][R\beta]$$

$$[\gamma] = [R\delta_1] + [I\delta_1][R\delta_1]^{-1}[I\delta_1][R\beta]$$

$$[\Delta] = [R\delta_1] + [I\delta_1][R\delta_1]^{-1}[I\delta_1]^{-1}$$

$$[\Delta][\gamma] = [R\beta] \dots \quad (40)$$

L'expression (35) devient si nous posons $Y = RY + jIY$

$$Y = \frac{1}{\ln \frac{a}{b}} \sum_{k=1}^{\infty} [R\beta(k) + jI\beta(k)] \frac{y_B(k)}{y_{A0}} J_0[k_B(k)b] \quad (41)$$

Nous sommes devant une équation complexe, pour la résoudre, on utilise une méthode itérative. Le calcul consiste à déterminer $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$ à partir de la valeur

mesurée de Y , pour cela nous faisons un développement de Taylor à deux variables ϵ' et ϵ'' à partir d'un couple initial fixé arbitrairement par l'opérateur. La permittivité du matériau est approchée par itérations successives par comparaison entre la valeur mesurée de l'admittance et la valeur calculée à partir du problème direct, le calcul s'arrête quand la différence relative est plus petite qu'une valeur fixée par l'opérateur.

4.3 Résultats expérimentaux:

Pour mettre au point ce travail, on a développé un logiciel en BORLAND C++ qui fait d'abord le calcul de l'admittance au niveau de l'interface (problème direct), puis le calcul de la permittivité complexe du matériau sur une bande de 100MHz -10GHz (problème inverse), le résultat sera sauvegardé dans un fichier de données. Comme exemple, on présente les résultats obtenus sur le Polyester.

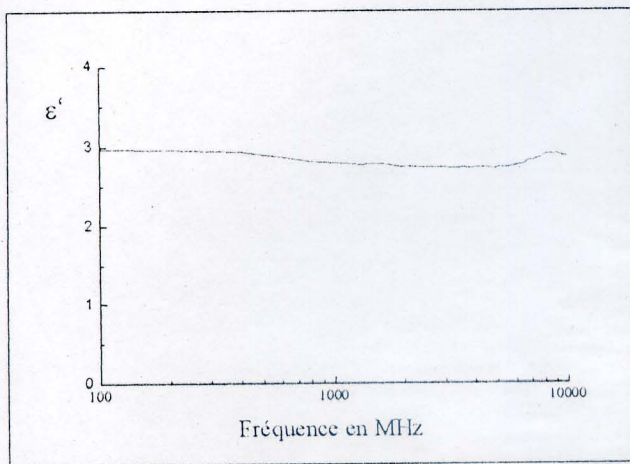


Fig 4 Partie réelle de la permittivité du Polyester

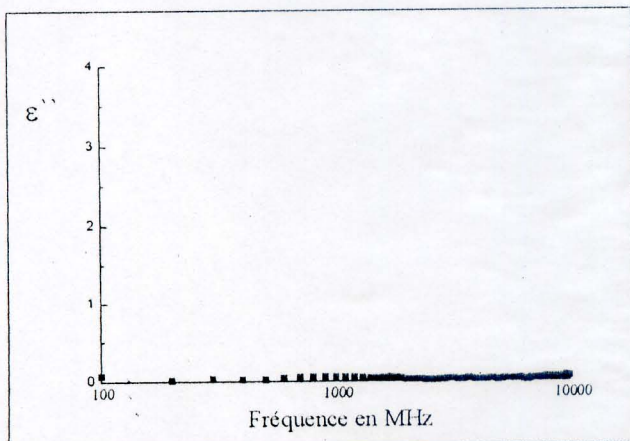


Fig 5 Partie imaginaire de la permittivité du Polyester

Ces courbes sont tracées par le logiciel Origin, en prenant les données directement à partir du fichier qu'on a produit.

5. Conclusion

La méthode de mesures diélectriques que nous proposons, tient son originalité dans le fait qu'elle permet de réaliser un certain nombre de conditions expérimentales impossibles d'obtenir simultanément avec aucun des nombreux procédés décrits dans la littérature: Caractérisation sur une large bande de fréquences (100MHz - 10GHz), en utilisant un seul échantillon simple à réaliser. Malgré que les calculs sont un peu plus compliqués par rapport aux procédés classiques, mais l'évolution des outils informatiques nous a permis de réduire d'une façon considérable le temps de calcul. Cette méthode a été appliquée sur différents types de matériaux (Téflon, Polyester,...etc.), les résultats obtenus sont en concordance avec ceux obtenus par d'autres études.

Ce travail nous a permis de mettre en évidence l'intérêt de la spectroscopie temporelle pour la caractérisation des matériaux hétérogènes.

Références

- [1] A. M. Bottreau and Abdelaziz Merzouki, Broadband Measurement Methode Using the Admittance Change Between Two Standards: Interpretation of Measurements and applications, IEEE trans, vol. 42, pp 899-905, october 1993.
- [2] J R. Whinry, H W. Jamieson, and T E. Robbins, Coaxial line discontinuities, Proc. IRE, vol. 32, pp. 695-709, Nov. 1944.
- [3] N. Belhadj-Tahar et A. Fourier-Lamer, Utilisation d'une cellule très large bande pour la mesure automatique de la permittivité de divers matériaux, L'onde Electrique, vol. 68, pp 50-59, Janvier 1988.
- [4] Abdelaziz Merzouki, Etude et mise en oeuvre d'une nouvelle méthode de caractérisation diélectrique en domaine de temps, utilisant le changement d'admittance entre une ligne coaxiale et une cellule cylindrique. Application, Thèse de doctorat, Janvier 1992.
- [5] Tayeb Herihiri, Etude d'une nouvelle méthode de mesure pour la caractérisation diélectrique des matériaux solides en hyperfréquences par spectroscopie temporelle. Application, Thèse de Magister Juillet 1996.
- [6] S. Ramo, J R. Whinnery, T. Van Duzer Fields and waves in communication electronics, Second edition, Jhon Wiley & Sons, Inc, Chapter 8, pp 392-442
- [7] M. Belanger, Traitement numérique du signal, Masson 1990