



32-530-717-1

TSU/36.JJ  
INSTITUT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ FERHAT ABBAS

SÉTIF

MÉMOIRE

Présenté par

Dahbia HAMZAOUI

Pour obtenir le titre de **Magister**

de l'Institut d'Électronique

Option

MICRO-ELECTRONIQUE

ETUDE PAR SPECTROSCOPIE EN DOMAINE FRÉQUENTIEL DE  
L'ÉVOLUTION DE LA PERMITIVITÉ COMPLEXE EN FONCTION DE LA  
CHARGE ET LA FRÉQUENCE. APPLICATION AU POLYESTER CHARGÉ  
PAR LES CÉRAMIQUES :  $BaTiO_3$  ET  $SrTiO_3$

Date de soutenance : 14/10/1998

Devant le jury composé de :

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

Année 1997/98



32-530-717-1

32-530-717-1  
31/10/98  
31/10/98

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ FERHAT ABBAS

SÉTIF

MÉMOIRE

Présenté par

Dahbia HAMZAOUI

Pour obtenir le titre de Magister

de l'Institut d'Electronique

Option

MICRO-ELECTRONIQUE



ETUDE PAR SPECTROSCOPIE EN DOMAINE FRÉQUENTIEL DE  
L'ÉVOLUTION DE LA PERMITIVITÉ COMPLEXE EN FONCTION DE LA  
CHARGE ET LA FRÉUENCE. APPLICATION AU POLYSTER CHARGÉ  
PAR LES CÉRAMIQUES : BaTiO<sub>3</sub> ET SrTiO<sub>3</sub>

Date de soutenance : 14/10/1998

Devant le jury composé de :

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

Année 1997/98

## RESUME

La montée en fréquences des dispositifs passifs et actifs conçus en particulier pour les télécommunications, les systèmes de détection et de guidage civils et militaires ainsi que l'industrie spatiale, nécessite une perpétuelle recherche dans le domaine de caractérisation des matériaux et ceci sur une large gamme de fréquences s'étalant du statique à l'infrarouge. Les caractéristiques ferroélectriques des céramiques de type pérovskite leur donnent une grande variété d'utilisation dans l'Electronique (résonateurs, filtres interférentiels, absorbants micro ondes, antennes, ...). Ceci nous a mené à étudier l'évolution de la permittivité complexe ( $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$ ) des composites polymères (polyester) chargés par le Titanate de Baryum ( $\text{BaTiO}_3$ ) et le Titanate de Strontium ( $\text{SrTiO}_3$ ).

Une étude sur la propagation guidée et les dispositifs utilisés en hyperfréquences nous a permis à déterminer la permittivité complexe des matériaux hétérogènes que nous avons préparés.

La caractérisation s'est faite sur:

- Un banc de mesure à fréquence fixe  $F = 9,455$  GHz.
- Un analyseur de réseaux HP8510 B qu'on a exploité dans la gamme de fréquences de 0,1 à 10 GHz.

Les spectres des permittivités obtenus en fonction de la fréquence et pour toutes les fractions volumiques semblent être presque plats, ce qui explique la stabilité de ce genre de matériaux.

Nous avons ensuite étudié le comportement de la permittivité en fonction des fractions volumiques des charges incluses. Une étude des lois de mélanges nous a permis de déterminer celle qui répond le mieux à nos résultats, ce qui nous permet d'intervenir sur les proportions des constituants du composite pour générer un nouveau matériau à caractéristiques prédéterminées.

*Dédicaces*

**« What ever you can do or dream you have begin it,  
boldness has genius magic and power in it. »**

***A* tous ceux qui veulent changer ce monde pour le mieux  
j'ajoute ma volonté aux leurs.**

*Dahlia*

## REMERCIEMENTS

J'avoue que la préparation de cette thèse a été pour moi une bonne expérience dans les relations humaines; ce que doit savoir tout chercheur de sciences et de connaissances. C'est vrai que j'ai connu des déceptions, mais j'ai aussi goûté à des moments de joie, des moments de soutien et de solidarité qui m'ont donné la volonté de poursuivre et de défier toutes les contraintes aussi difficiles soient elles. Je trouve que le moment est venu pour remercier tout le monde.

C'est à mes amis qui sont les meilleurs au monde: Ilhem, Lylia, Samia, Fayçal, Hichem, Mustapha, Salim, Saci, Tarek, Noureddine et les nouveaux Habib et Rafik que j'adresse mes premiers remerciements, je tiens à leur dire que je ne pourrai jamais me passer d'eux.

Je remercie mon professeur Mr A. MERZOUKI, MC à l'université de Sétif, qui n'a cherché que mon bien, je tiens à lui dire que je ne voyais pas aussi loin que lui et qu'il fallait que je touche la réalité pour comprendre moi même. Je le remercie de m'avoir introduit au domaine de caractérisation des matériaux, qui a été un domaine très dur pour moi mais aussi très passionnant.

Un grand merci distingué à Mr A. M. BOTTREAU, Professeur au laboratoire PIOM de Bordeaux 1, qui m'a ouvert son laboratoire avec une grande hospitalité et ne m'a pas privé ni de son temps très précieux ni de ses connaissances et son aide. Je n'oublierai pas non plus tous les membres du laboratoire PIOM.

Je tiens à exprimer ma gratitude à Mr D.SLIMANI, MC à l'université de Sétif, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury, ainsi qu'à Mrs F.DJAHLI, MC à l'université de Sétif, A. MERZOUKI, CC à l'université de Sétif, et E. BOUSBIAT, MC à l'ENS Kouba, qui ont accepté de juger mon travail. Je les remercie tous pour l'intérêt et le soutien qu'il m'ont porté durant l'élaboration de mon travail.

Je n'oublierai jamais tous mes enseignants de l'institut d'Electronique et spécialement Mr. K. BENMAHAMMED, Mr. N. BOUZIT et Mr T. MOHAMADI directeur de l'institut, et tout le corps administratif et personnel, qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde reconnaissance.

J'avoue que l'ambiance familiale que mes collègues ont créée me touche beaucoup, je les remercie tous et particulièrement Mr. M. A. YESSAD et Mlle S. BAAZIZI.

Si j'ai laissé les membres de ma famille les derniers c'est parcequ'ils sont les plus proches et les plus chers. Je tiens à ce qu'ils sachent qu'aucun compliment ne pourrait exprimer mes sentiments. Je leur dis tout simplement merci : mes parents, mes frères et soeurs: Fouad, Leila Redha, Nadia, Nadjat, Raouf, Khalil et Achraf Houssein, mon grand père, mon beau frère, mes tantes, mes cousines: Souad, Sihem, Yesmina et Chahra, en France, Selma, Rafika et Karima.

# Sommaire

Introduction .....	1
--------------------	---

## Partie I:

Chapitre I: Concepts de base de l'électromagnétisme guidé.....	3
--	---

I-1. Rappel sur le traitement électromagnétique d'un guide .....	4
--	---

I-2. Classification des modes de propagation.....	6
---	---

I-3. Diagramme de dispersion.....	7
-----------------------------------	---

I-4. Bandes de fréquences, modes dominants, modes supérieurs.....	7
---	---

I-5. Impédance d'onde et impédance de guide .....	8
---	---

I-6. Etude des guides d'ondes rectangulaire et coaxial.....	9
---	---

I-6.1. Guide d'ondes rectangulaire .....	9
--	---

I-6.1.1. Etude des modes TM.....	11
----------------------------------	----

I-6.1.2. Etude des modes TE.....	13
----------------------------------	----

I-6.1.3. Ondes stationnaires .....	14
------------------------------------	----

I-6.2. Guide d'ondes coaxial .....	16
------------------------------------	----

I-6.2.1. Etude des modes TM.....	17
----------------------------------	----

I-6.2.2. Etude des modes TE.....	18
----------------------------------	----

I-6.2.3. Etude des modes TEM .....	19
------------------------------------	----

Chapitre II: Mesures en hyperfréquences .....	21
---	----

II-1. Introduction.....	21
-------------------------	----

II-2. Mesures à fréquence fixe .....	22
--------------------------------------	----

II-2.1. Méthode utilisée.....	22
-------------------------------	----

II-2.2. Description du dispositif de mesure.....	22
--	----

II-2.2.1. Le générateur hyperfréquences.....	23
--	----

II-2.2.2. La ligne de mesure .....	32
------------------------------------	----

II-2.2.3. Le détecteur .....	23
------------------------------	----

II-2.2.4. Le T.O.S mètre .....	24
--------------------------------	----

II-2.3. Détermination de la permittivité complexe des matériaux.....	24
II-2.3.1. Etude théorique.....	24
II-2.3.2. Expérimentation.....	28
a. Evaluation de $d_m$ .....	28
b. Détermination de $\lambda_{0g}$ .....	29
c. Evaluation et correction de $\theta$ .....	29
d. Résolution de l'équation transcendante .....	30
e. Incertitudes de mesures .....	32
II-3. Mesures en large bande de fréquences .....	33
II-3.1. Méthode utilisée.....	33
II-3.2. Description du dispositif utilisé.....	33
II-3.3. Principe de mesure .....	35
II-3.4. Etapes de mesure.....	36
II-3.4.1 Le calibrage .....	36
II-3.4.2. L'étalonnage .....	36
II-3.4.3. Mesures et corrections .....	37
II-3.4.4. Traitement mathématique (Détermination de $\epsilon$ ) .....	37
II-3.4.5. Incertitudes de mesures.....	40

## Partie II:

<b>Chapitre III: Propriétés diélectriques de la matière.....</b>	<b>44</b>
III-1. Définitions .....	44
III-1.1. Permittivité statique .....	44
III-1.2. Notion de polarisation.....	45
III-2. Relaxation diélectrique.....	47
III-2.1. Définitions.....	47
III-2.2. Modèles de relaxation .....	49
III-2.2.1. Modèle de Debye.....	49
III-2.2.2. Modèle de Kolrausch-Williams-Watts .....	51

III-3. Ferroélectricité'	52
III-3.1. Définition	52
III-3.2. Structure Perovskite	53
III-3.3. Classification des cristaux ferroélectriques	54
III-3.4. Relation entre la permittivité complexe et la température dans les ferroélectriques	55
Chapitre IV: Lois de mélanges	56
IV-1. Introduction	56
IV-2. Matériau hétérogène	57
IV-3. Les principales lois de mélanges	58
IV-3.1. Théorie de Raynold et Hough	58
IV-3.2. Loi logarithmique des mélanges	60
IV-3.3. Loi de Böttcher	62
IV-3.4. Loi de Bruggeman	62
IV-3.5. Loi de Bruggeman-Hanai	63
IV-3.6. Loi de Looyenga	64
IV-3.7. Loi de Birchack	65
IV-3.8. Loi de Bottreau	65

### Partie III:

Chapitre V: Composition des matériaux élaborés	71
V-1. Introduction	71
V-2. Résine Polyester	71
V-2.1. Définition	72
V-2.2. Formation des résines	72
a. La polyaddition	72
b. La polycondensation	72
V-2.3. Origine du Polyester	73
V-2.4. Propriétés des Polyesters insaturés	74

V-3. Céramique.....	75
V-3.1. Définition .....	75
V-3.2. Classification des céramiques .....	75
V-3.3. Fabrication d'une céramique .....	76
V-3.4. Préparation des poudres de BaTiO <sub>3</sub> et SrTiO <sub>3</sub> .....	77
V-3.5. Propriétés des céramiques .....	78
<b>Chapitre VI: Expérimentations Mesures et Résultats.....</b>	<b>79</b>
VI-1. Introduction .....	79
VI-2. Mesures à fréquence fixe .....	80
VI-2.1. Préparation des échantillons.....	80
VI-2.2. Résultats et discussions.....	81
VI-3. Mesures en large bande de fréquence .....	83
VI-3.1. Préparation des échantillons.....	83
VI-3.2. Résultats et discussions.....	84
VI-4. Confrontation avec les lois de mélanges étudiées .....	92
VI-5. Etude des relaxations .....	101
<b>Conclusion.....</b>	<b>103</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>105</b>
<b>Annexe A</b>	
<b>Annexe B</b>	

## INTRODUCTION

---

Le matériel électronique moderne, avec toute sa complexité, dépend extrêmement de la nature et de la sécurité de fonctionnement des matériaux diélectriques utilisés pour le construire.

Ces diélectriques vont des gaz aux solides en passant par les liquides, et les premiers isolants naturels de haute qualité tel que l'ambre jaune, aux matières plastiques récentes.

Nous devons en plus, considérer que ces matériaux étudiés doivent travailler en continu aussi bien qu'en très hautes fréquences, en atmosphère sèche et en atmosphère humide, aux très basses et très hautes températures.

Dans notre travail, qui ne peut prendre compte de la totalité de ces considérations demandant toujours une perpétuelle recherche et nécessitant de grands moyens, on s'est intéressé au comportement diélectrique de nouveaux matériaux composites que nous avons élaborés nous mêmes à partir de diélectriques dignes d'intérêt qui sont les céramiques dites Titanate de Baryum et Titanate de Strontium et les résines polyesters. Les premiers connus par leur caractéristique ferroélectrique et leurs constantes diélectriques très élevées; et les deuxièmes par leur flexibilité, légèreté et leur bonne stabilité diélectrique.

Après la préparation de nos matériaux composites, on a essayé de déterminer leurs permittivités complexes ( $\epsilon^* = \epsilon' - j \epsilon''$ ) à fréquence fixe (9.455 GHz) et puis sur une large bande appartenant aux hyperfréquences et s'étalant de 0.1 à 10 GHz.

La préparation de ces matériaux et la mesure de leurs caractéristiques citées s'est faite à la température ambiante.

Pour mener notre travail, on l'a divisé en trois parties:

Dans la première, divisée en deux chapitres: nous avons parlé de l'outil utilisé pour la caractérisation des matériaux en hyperfréquences, en donnant d'abord quelques notions sur la propagation des ondes électromagnétiques, puis en expliquant dans le deuxième chapitre les méthodes que nous avons utilisées pour cette caractérisation ainsi que le protocole expérimental à savoir le banc de mesures à fréquence fixe et l'analyseur de réseau.

Pour comprendre et expliquer le comportement du matériau, nous avons consacré la deuxième partie aux phénomènes physiques régissant la matière. Nous avons introduit dans le premier chapitre de cette partie quelques propriétés diélectriques, à savoir la polarisation, la relaxation et notamment la ferroélectricité qui est une caractéristique spécifique des perovskites. Le deuxième chapitre concerne la modélisation de ces propriétés, spécialement la permittivité, à partir des lois de mélanges bien connues et notamment les plus récentes.

Dans la troisième partie, nous donnons des spécifications concernant les matériaux que nous avons utilisés pour élaborer nos nouveaux matériaux, ce qui nous facilitera la tâche dans le prochain chapitre de cette partie où nous exposons la méthode de préparation de nos échantillons, le principe de mesure et ceci à l'aide des logiciels conçus et les résultats obtenus ainsi que leur discussion. Une confrontation avec les lois de mélanges étudiés nous permet de choisir la plus adéquate, autrement dit celle qui répond le mieux à nos exigences, ce qui nous permettra de prévoir le comportement diélectrique de ces matériaux théoriquement, sans pour autant se lancer dans les expériences pratiques.

On termine par une conclusion générale, qui résume notre travail, les résultats obtenus et les difficultés rencontrées, pour pouvoir enfin donner des solutions à ces difficultés et présenter nos perspectives.

# Première Partie

## CONCEPTS DE BASE DE L'ELECTROMAGNETISME GUIDE

---

### I-1. Rappel sur le traitement électromagnétique d'un guide:

La propagation sur une ligne de transmission ou un guide d'ondes est déterminée par l'étude de la distribution des champs électromagnétiques dans la structure générale indiquée dans la figure (I-1):

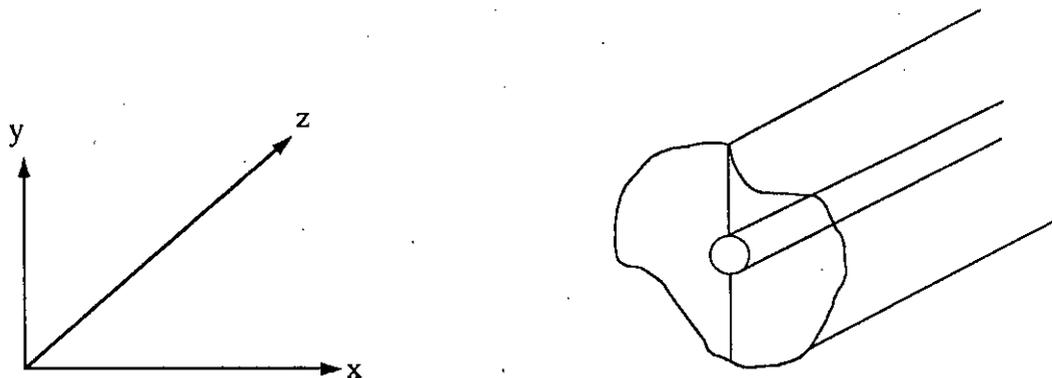


Figure (I-1): Structure d'un guide d'ondes.

Si la section du guide est limitée par une enveloppe métallique, l'énergie électromagnétique se propage à l'intérieur de cette enveloppe sans pouvoir s'en échapper. On dit alors que le guide est un "guide fermé". Dans tous les autres cas, le guide est dit ouvert et l'énergie peut s'en échapper par rayonnement.

La caractérisation d'un guide consiste à déterminer la manière dont l'énergie s'y propage.

En chaque point du plan de section droite du guide, cette énergie peut être caractérisée à partir des composantes transversales des champs électriques  $\vec{E}$  et magnétiques  $\vec{H}$ .

Ces champs sont liés par les équations de Maxwell [1] qui s'expriment comme suit:

$$\nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = -j\omega \vec{B} = -j\omega \mu \vec{H} \quad (\text{I-1})$$

$$\nabla \times \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} = \vec{J} + j\omega \vec{D} = (\sigma + j\omega \epsilon) \vec{E} \quad (\text{I-2})$$

$$\nabla \cdot \vec{D} = \rho \quad (\text{I-3})$$

$$\nabla \cdot \vec{H} = 0 \quad (\text{I-4})$$

où:

$\vec{B}$ : est l'induction magnétique,

$\vec{D}$ : le déplacement électrique,

$\rho$ : la densité de charge locale,

$\vec{J}$ : la densité de courant de conduction,

$\epsilon = \epsilon' - j\epsilon''$ : la permittivité complexe du milieu,

$\mu = \mu' - j\mu''$ : la perméabilité complexe du milieu.

Du fait de l'invariance en translation du guide, les champs  $\vec{E}$  et  $\vec{H}$  et toutes les grandeurs associées ont une évolution en  $e^{-\gamma z}$ ;  $\gamma$  est une constante dite constante de propagation [2] ( $\gamma = \alpha + j\beta$ )

où:  $\alpha$  est appelée affaiblissement linéique. Elle présente la décroissance de l'onde dans la direction de propagation. Son inverse  $\delta = 1/\alpha$  est la profondeur de pénétration, distance sur laquelle le signal décroît d'un facteur  $1/e$ .

La partie imaginaire  $\beta$ , est le déphasage linéique qui indique la variation de phase de l'onde dans la direction de propagation. La longueur d'onde le long de la ligne ou du guide, dénotée par  $\lambda_g$ , est inversement proportionnelle à  $\beta$ :

$$\lambda_g = 2\pi/\beta \quad (1-5)$$

Le problème posé est donc de définir, en fonction de la fréquence, cette constante de propagation et la configuration spatiale des champs.

Ce sont en fait les conditions de continuité aux différentes interfaces des matériaux constituant le guide et les conditions aux limites qui permettent de définir ces caractéristiques.

On peut résumer ces conditions comme suit [3]:

Les composantes tangentielles de champs électrique et magnétique, à la surface de séparation de deux milieux de propriétés différentes, sont continues, ce qui est exprimé par:

$$\vec{n} \times (\vec{E}_1 - \vec{E}_2) = 0$$

$$\vec{n} \times (\vec{H}_1 - \vec{H}_2) = 0$$

Où  $\vec{n}$  est un vecteur normal à la surface de séparation, se dirigeant du milieu 2 vers le milieu 1.

Au bord d'un conducteur électrique parfait, la condition est :

$$\vec{n} \times \vec{E} = 0$$

Alors que pour un conducteur magnétique parfait, on aurait :

$$\vec{n} \times \vec{H} = 0$$

## I-2. Classification des modes de propagation :

Trois cas de modes peuvent être isolés :

- 1- les champs électrique et magnétique caractérisant le mode possèdent des composantes longitudinales : le mode est dit hybride (mode EH ou HE).
- 2- Seule la composante longitudinale du champ électrique ou du champ magnétique existe. Le mode est alors dit transverse magnétique (mode TM ou E) ou transverse électrique (mode TE ou H).
- 3- les champs sont entièrement transverses, le mode est dit transverse électromagnétique (TEM).

La dimension transversale des guides impose les conditions de propagation. Il existe en général, pour chaque mode, une fréquence de coupure en dessous de laquelle

il ne peut être propagé; la constante de propagation qui lui est associée est réelle, le mode est dit évanescent. Certains modes n'ont pas de fréquence de coupure (mode TEM par exemple).

### I-3. Diagramme de dispersion :

Dans un guide d'ondes sans pertes [3],[4] l'exposant de propagation prend la forme :

$$\gamma = \alpha + j\beta = \sqrt{p^2 - k^2} = \sqrt{p^2 - (\omega/c)^2} \quad (I-6)$$

où  $p$  et  $k$  sont dits: nombres d'ondes

avec:  $k = \omega\sqrt{\epsilon\mu} = \omega/c$

et  $p$  est un nombre dépendant de la section droite du guide (forme, et dimensions), ainsi que la distribution des champs du mode considéré dans le plan transverse, et non du milieu remplissant le guide. Il est toujours réel quand le guide est homogène.

Le diagramme représentant  $\alpha$  et  $\beta$  en fonction de la fréquence est appelé diagramme de dispersion.

### I-4. Bandes de fréquences, mode dominant, modes supérieurs:

Dans le diagramme de dispersion d'un guide d'ondes, on distingue du point de vue des réalisations pratiques: quatre bandes de fréquences [3] :

-  $F < F_{c_1}$  : aucun mode ne peut se propager , et les champs décroissent avec la distance. Le guide sera employé comme affaiblisseur .

-  $F_{c_1} < F < 1,25 F_{c_1}$  : un seul mode, le mode dominant, peut se propager; il présente toute fois une grande dispersion, de sorte que cette bande de fréquence n'est en général pas employée pour transmettre l'information.

-  $1,25 F_{c_1} < F < F_{c_2}$  : Un seul mode se propage qui est le mode dominant. La dispersion est généralement acceptable dans cette bande.

-  $F > F_{c_2}$  : Plusieurs modes peuvent se propager, le mode dominant et d'autres modes, qui n'ont pas les mêmes affaiblissements et vitesses de propagations. Ceci entraîne une distorsion du signal, ce qui empêche de travailler dans cette bande de fréquences.

### I-5. Impédance d'onde et impédance de guide :

L'onde plane est la forme la plus simple sous laquelle il est possible de modéliser la propagation. Dans ce cas, et par analogie aux lignes de transmission, on pourrait exprimer les champs associés à cette onde par :

$$E = E_0 \exp(j\omega t - \gamma z)$$

$$H = H_0 \exp(j\omega t - \gamma z)$$

En décomposant les champs transverses en produits d'une fonction à dépendance longitudinale par une fonction transverse [3] on obtient :

$$E_t(z, r_t) = U_e(z) E_T(r_t)$$

$$H_t(z, r_t) = I_e(z) E_T(r_t)$$

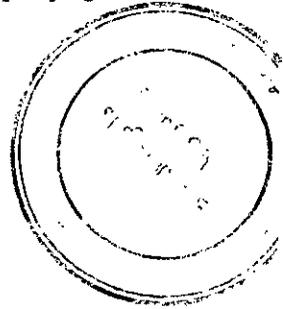
où l'indice  $t$  représente la composante transverse du champ, alors que  $T$  spécifie la partie dépendant de la coordonnée transverse.

La tension  $U_e$  et le courant  $I_e$  sont des grandeurs proportionnelles aux champs électrique et magnétique transverses dans le guide. Ils ne présentent pas une tension et un courant existant effectivement à un quelconque emplacement dans ce guide. Le quotient  $Z_e$  de ces deux grandeurs est appelé impédance d'onde, on le désigne notamment par  $\eta$  [2], [4]:

$$\eta = \frac{E_x}{H_y} \quad (1-7)$$

Cette grandeur est aussi caractéristique du milieu dans lequel l'onde se propage. Ainsi dans le vide, sa valeur est :

$$\eta_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = 120 \pi$$



Trois autres impédances de guide différentes sont définies, à savoir [3]:

$$Z_{UI} = U_g / I_g \quad (I-8)$$

$$Z_{PI} = S_z / |I_g|^2 \quad (I-9)$$

$$Z_{PU} = |U_g|^2 / S_z \quad (I-10)$$

$U_g$  et  $I_g$  sont la tension et le courant du guide, et  $S_z$  est la composante longitudinale de la puissance transmise dans le guide.

Ces impédances vérifient entre elles la relation :

$$Z_{PU} \cdot Z_{PI} = Z_{UI} \quad (I-11)$$

Notant que ces grandeurs ne peuvent être définies que si le guide comporte des parties métalliques.

Dans le cas de guide diélectrique, on a intérêt à utiliser simplement la notion d'impédance réduite  $\xi$  liée directement au concept de coefficient de réflexion  $\rho$  par la relation :

$$\xi = \frac{1+\rho}{1-\rho} \quad (I-12)$$

$\rho$  peut être défini quelque soit le mode, et il est mesurable à toute les fréquences.

## I-6. Etude du guide d'ondes rectangulaire et coaxial:[2] - [7]

### I-6.1. Guide d'ondes rectangulaire :

La séparation des équations de Maxwell (I-1) à (I-4) en composantes longitudinale et transversale et leur développement permet d'aboutir aux équations

différentielles de Helmholtz :

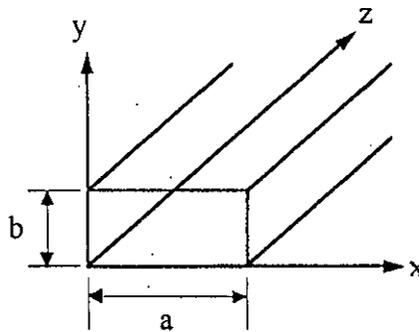


Fig. (I-2): Guide d'ondes rectangulaire.

$$\nabla_{\perp}^2 H_z + \frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2} + k^2 H_z = 0 \text{ pour un mode TE}$$

$$\nabla_{\perp}^2 E_z + \frac{\partial^2 E_z}{\partial z^2} + k^2 E_z = 0 \text{ pour un mode TM}$$

L'opérateur  $\nabla_{\perp}^2$  désigne la partie transversale.

En faisant usage à la séparation des variables, on aura :

$$\begin{cases} \nabla_{\perp}^2 X_z + p^2 X_z = 0 \\ \frac{\partial^2 X_z}{\partial z^2} - \gamma^2 X_z = 0 \\ p^2 - \gamma^2 = k^2 \end{cases}$$

Où X représente H ou E respectivement.

- Pour le mode TM:

$$\left( \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + k^2 \right) \Phi = 0 \quad (\text{I-13})$$

Avec  $\Phi$  (flux magnétique) = 0 sur les parois.

- Pour le mode TE:

$$\left( \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + k^2 \right) \Psi = 0 \quad (\text{I-14})$$

Avec  $\frac{\partial \Psi}{\partial n}$  (La dérivée du flux électrique) = 0 sur les parois.

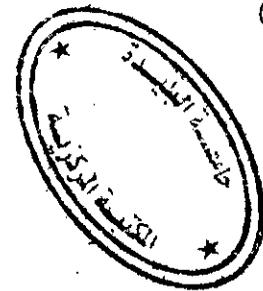
### I-6.1.1. Etude des modes TM:

En utilisant la méthode de séparation des variables, on pourrait écrire l'équation (I-13) sous la forme:

$$\Phi = X(x) \cdot Y(y) \quad (\text{I-15})$$

La substitution de (I-15) dans (I-13) donne:

$$\frac{1}{X} \frac{\partial^2 X}{\partial x^2} + \frac{1}{Y} \frac{\partial^2 Y}{\partial y^2} + k^2 = 0$$



En posant:

$$\frac{1}{X} \frac{\partial^2 X}{\partial x^2} = -\alpha^2, \quad \frac{1}{Y} \frac{\partial^2 Y}{\partial y^2} = -\beta^2 \quad (\text{I-16})$$

Nous obtenons la condition:

$$\alpha^2 + \beta^2 = k^2 \quad (\text{I-17})$$

L'intégration des équations (I-16) est immédiate et donne:

$$\begin{aligned} X &= A_1 \cos \alpha x + A_2 \sin \alpha x \\ Y &= B_1 \cos \beta x + B_2 \sin \beta x \end{aligned} \quad (\text{I-18})$$

D'où:

$$\Phi(x, y) = (A_1 \cos \alpha x + A_2 \sin \alpha x)(B_1 \cos \beta x + B_2 \sin \beta x) \quad (\text{I-19})$$

Les conditions aux limites sur les parois ( $\Phi = 0$ ), ainsi que la condition de la normalisation  $\left( \int_0^a \int_0^b \Phi^2(x, y) dx dy = 1/k^2 \right)$  permettent de déterminer les constantes  $A_1,$

$A_2, B_1, B_2, \alpha$  et  $\beta$  [3], [4].

Nous obtenons enfin:

$$\Phi(x, y) = \frac{2}{\pi} \frac{1}{(m^2 b/a + n^2 a/b)^{1/2}} \sin \frac{m\pi}{a} x \sin \frac{n\pi}{b} y \quad (\text{I-20})$$

Le champ électrique transverse dérive du potentiel  $\phi$  le champs magnétique lui étant perpendiculaire:

$$E_t = (\nabla\Phi) \exp(\pm\gamma z), \quad (\mu/\epsilon)^{1/2} H_t = (e_z \times \nabla\Phi) \exp(\pm\gamma z)$$

on obtient ainsi, en négligeant les pertes, les composantes du mode TM:

$$\left\{ \begin{array}{l} E_{x_{mn}} = \pm j\beta \frac{2}{\pi} \frac{1}{(m^2 b/a + n^2 a/b)^{1/2}} \left(\frac{m\pi}{a}\right) \cos \frac{m\pi}{a} x \sin \frac{n\pi}{b} y \exp(j\beta z) \\ E_{y_{mn}} = j\beta \frac{2}{\pi} \frac{1}{(m^2 b/a + n^2 a/b)^{1/2}} \left(\frac{n\pi}{b}\right) \sin \frac{m\pi}{a} x \cos \frac{n\pi}{b} y \exp(j\beta z) \\ E_{z_{mn}} = k^2 \frac{2}{\pi} \frac{1}{(m^2 b/a + n^2 a/b)^{1/2}} \sin \frac{m\pi}{a} x \cos \frac{n\pi}{b} y \exp(j\beta z) \\ H_{x_{mn}} = -\frac{1}{Z_e} E_{y_{mn}}, \quad H_{y_{mn}} = \frac{1}{Z_e} E_{x_{mn}}, \quad H_{z_{mn}} = 0 \end{array} \right. \quad (\text{I-21})$$

avec:

$$\beta = \sqrt{p^2 - k^2}, \quad Z_e = \beta/\omega\epsilon, \quad k = \left[ (m\pi/a)^2 + (n\pi/b)^2 \right]$$

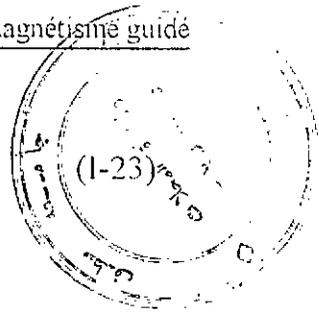
Les indices  $m$  et  $n$  précisent qu'il existe une double infinité de solutions, chacune d'elles caractérise un mode particulier.

La longueur d'onde de coupure aura la valeur:

$$\lambda_{c, mn} = \frac{2\pi}{k} = \frac{2\pi}{\left[ (m\pi/a)^2 + (n\pi/b)^2 \right]^{1/2}} \quad (\text{I-22})$$

D'où la pulsation de coupure:

$$\omega_{c, mn} = \frac{2\pi c}{\lambda} = \frac{1}{\sqrt{\epsilon\mu}} \left[ (m\pi/a)^2 + (n\pi/b)^2 \right]^{1/2}$$



### I-6.1.2. Etude des modes TE:

Cette étude s'effectue de façon analogue à partir de l'équation (I-14) et des conditions aux limites aux parois, ainsi que la condition de normalisation; ce qui permet d'aboutir à:

$$\left\{ \begin{array}{l} H_{x_{mn}} = -j\beta \frac{2}{\pi} \frac{1}{(m^2 b/a + n^2 a/b)^{1/2}} \left( \frac{m\pi}{a} \right) \sin \frac{m\pi}{a} x \cos \frac{n\pi}{b} y \exp(j\beta z) \\ H_{y_{mn}} = -j \frac{2}{\pi} \frac{1}{(m^2 b/a + n^2 a/b)^{1/2}} \left( \frac{n\pi}{b} \right) \cos \frac{m\pi}{a} x \sin \frac{n\pi}{b} y \exp(j\beta z) \\ H_{z_{mn}} = \beta \frac{2}{\pi} \frac{1}{(m^2 b/a + n^2 a/b)^{1/2}} \cos \frac{m\pi}{a} x \cos \frac{n\pi}{b} y \exp(j\beta z) \end{array} \right. \quad (I-24)$$

$$E_{x_{mn}} = Z_c H_{y_{mn}}, \quad E_{y_{mn}} = -Z_c H_{x_{mn}}, \quad E_{z_{mn}} = 0$$

avec:

$$\beta = \sqrt{p^2 - k^2}, \quad Z_c = \omega\mu/\beta, \quad k = \left[ (m\pi/a)^2 + (n\pi/b)^2 \right]^{1/2}$$

On voit que l'expression donnant la fréquence de coupure est la même que dans le cas des modes TM.

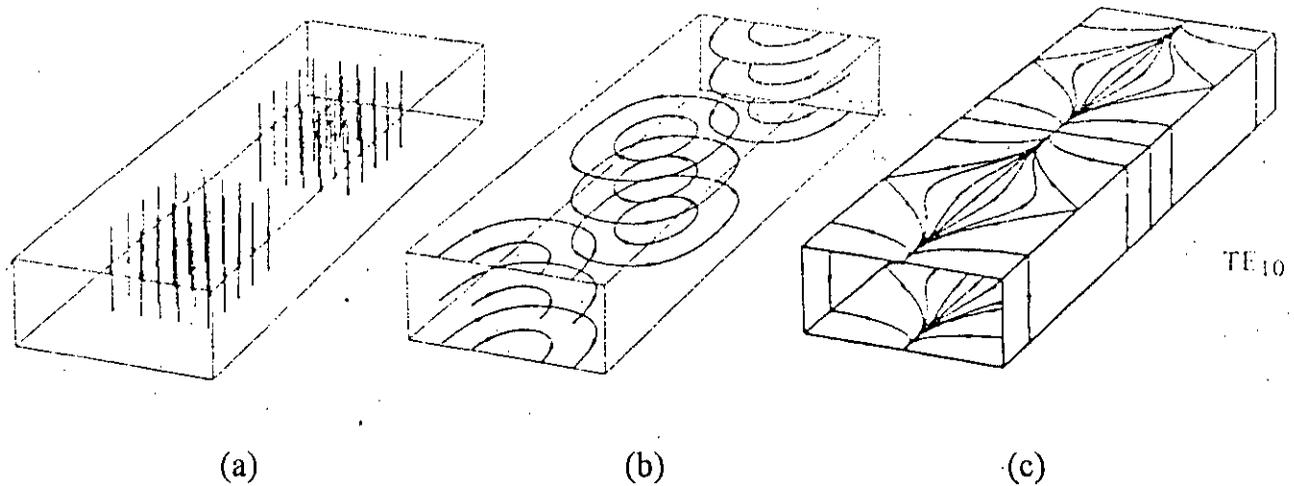
Le mode dominant est celui qui admet la fréquence de coupure la plus basse, c'est le mode TE<sub>10</sub>. Dans ce cas nous avons:

$$\lambda_{c(10)} = 2 \cdot a \quad (I-25)$$

D'où :

$$\omega_{c(10)} = \frac{\pi}{\sqrt{\epsilon\mu} \cdot a} \quad (I-26)$$

On donne dans la figure (I-3) la représentation des champs électriques et magnétiques ainsi que les lignes de courant de ce mode.

Figure (I-3): Représentation du mode  $TE_{10}$ .

(a) Champ électrique, (b) Champ magnétique, (c) Lignes de courant.

### I-6.1.3. Ondes stationnaires:

Soit une onde  $TE_{10}$  se propageant dans un milieu caractérisé par une permittivité complexe  $\epsilon = \epsilon_0 (\epsilon' - j\epsilon'')$ .

Les équations des champs seront déduites donc à partir de (I-24) et valent:

$$\begin{aligned} E_y &= E_0 \sin \frac{\pi x}{a} \exp(j\omega t - \gamma z) \\ E_x &= 0 \\ E_z &= 0 \end{aligned}$$

Le champ électrique est alors constant suivant l'axe des  $y$  ( $n = 0$ ) et présente un maximum suivant l'axe des  $x$  ( $m = 1$ ). Le coefficient  $\gamma$  est complexe.

Si une plaque diélectrique ferme le guide d'ondes, en  $z = 0$  par exemple, l'onde incidente sera partiellement réfléchie.

L'onde incidente se propage vers les  $z > 0$ , elle sera caractérisée par:

$$E_y^i = E_0^i \sin \frac{\pi x}{a} e^{-\gamma z} e^{j\omega t} \quad (I-27)$$

L'onde réfléchie se propage vers les  $z < 0$  et de même:

$$E_y^r = E_0^r \sin \frac{\pi x}{a} e^{+\gamma z} e^{j\omega t} \quad (I-28)$$

Le signe + indique un renversement de la direction de propagation sur la plaque diélectrique terminale (en  $z = 0$ ).

$\rho$  est un coefficient de réflexion complexe, qui caractérise la plaque diélectrique terminale.

Posons:

$$\rho = -e^{-2w} = -e^{-2(u+jv)}$$

En avant du dioptré terminal, le champ total est:

$$E_y^t = E_y^i + E_y^r$$

L'utilisation des équations (I-27) et (I-28) permet d'aboutir finalement à:

$$E_y^t = 2 E_0^i \sin \frac{\pi x}{a} e^{-w} \operatorname{sh}(w + \gamma z) e^{j\omega t} \quad (\text{I-29})$$

Le terme de propagation en  $e^{-\gamma z}$  a disparu de cette expression. On a une onde stationnaire.

Dans la pratique, on ne peut pas mesurer ce champ mais sa valeur carrée, qui sera donnée par:

$$\left| E_y^t \right|^2 = 4 E_0^i{}^2 \sin^2 \frac{\pi x}{a} e^{-2w} \left( \operatorname{sh}^2(u + \alpha z) + \sin^2(v + \beta z) \right) \quad (\text{I-30})$$

On peut distinguer trois cas particuliers:

Premier cas:

- Propagation dans le vide ( $\alpha = 0, \gamma = j\beta$ ), avec un guide terminé par un court-circuit ( $\rho = -1, w = 0$ ).

alors:

$$\left| E_y^t \right|^2 = 4 E_0^i{}^2 \sin^2 \frac{\pi x}{a} \sin^2(\beta z) \quad (\text{I-31})$$

Deuxième cas:

- propagation dans le vide ( $\alpha = 0, \gamma = j\beta$ ), avec un dioptré diélectrique ( $\rho$

complexe,  $u \neq 0$ ,  $v \neq 0$ ):

Quand on se déplace suivant l'axe des  $z$ ,  $|E_y|^2$  varie sinusoidalement. On appelle taux d'ondes stationnaires (T.O.S) le rapport:

$$\theta = \frac{|E_t|_{\max}}{|E_t|_{\min}} \quad (I-32)$$

$$\theta = \frac{|\operatorname{sh}^2 u + 1|^{1/2}}{\operatorname{sh} u} = \frac{1}{\operatorname{th} u} = \frac{1 + e^{-2u}}{1 - e^{-2u}}$$

Ce T.O.S est lié au coefficient de reflexion  $\rho$  par la formule:

$$\theta = \frac{1 + |\rho|}{1 - |\rho|} \quad (I-33)$$

### Troisième cas:

- propagation dans le diélectrique ( $\gamma$  est complexe) avec un guide terminé par un court-circuit ( $\rho = -1$ ,  $w = 0$ )

$$|E_y^t|^2 = 4 E_0^2 \sin^2 \frac{\pi x}{a} (\operatorname{sh}^2 \alpha z + \sin^2 \beta z) \quad (I-34)$$

### **I-6.2. Guide coaxial:**

Nous utilisons ici les coordonnées cylindriques  $\rho$ ,  $\varphi$  et  $z$ . Nous avons alors les équations de Helmholtz:

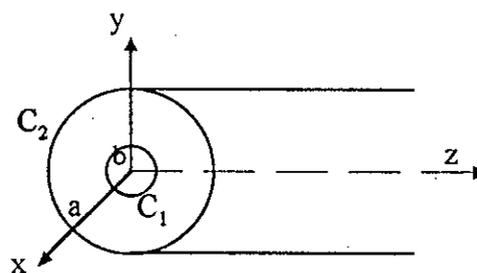


Fig. (I-4): Guide coaxial.

- Pour les modes TM :

$$\left( \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left( \rho \frac{\partial}{\partial \rho} \right) + \frac{1}{\rho^2} \frac{\partial^2}{\partial \varphi^2} + k^2 \right) \Phi = 0 \quad (\text{I-35})$$

Avec  $\Phi = 0$  sur les parois a et b

- Pour les modes TE :

$$\left( \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left( \rho \frac{\partial}{\partial \rho} \right) + \frac{1}{\rho^2} \frac{\partial^2}{\partial \varphi^2} + k^2 \right) \Psi = 0 \quad (\text{I-36})$$

avec:  $\frac{\partial \Psi}{\partial \rho} = 0$  sur les parois

### I-6.2.1. Etude des modes TM:

Pour intégrer l'équation (I-35) nous poserons :

$$\Phi(\rho, \varphi) = F(\rho) \cdot G(\varphi) \quad (\text{I-37})$$

En portant l'expression précédente dans l'équation différentielle (I-35) nous obtenons :

$$\frac{\rho}{F} \left( \frac{dF}{d\rho} + \rho \frac{d^2 F}{d\rho^2} \right) + k^2 \rho^2 = - \frac{1}{G} \frac{d^2 G}{d\varphi^2} = m^2 \quad (\text{I-38})$$

Le membre de gauche n'est fonction que de  $\rho$ , celui de droite que de  $\varphi$ , ils doivent de ce fait, être tous deux égaux à une constante, appelée ici  $m^2$ . L'équation différentielle en  $\varphi$  admet donc les solutions suivantes:

$$G = B_1 \sin m\varphi + B_2 \cos m\varphi \quad (\text{I-39})$$

La fonction  $F(\rho)$  doit satisfaire l'équation:

$$\rho^2 \frac{d^2 F}{d\rho^2} + \rho \frac{dF}{d\rho} + (k^2 \rho^2 - m^2) F = 0 \quad (\text{I-40})$$

Il s'agit de l'équation de Bessel [1] dont les solutions sont les fonctions de Bessel de première espèce  $J_m$  et de seconde espèce  $N_m$ .

$$\Phi(\rho, \varphi) = [AJ_m(ka) + BN_m(ka)]_{\sin}^{\cos} m\varphi \quad (\text{I-41})$$

A partir des conditions aux limites, ainsi que de normalisation, on aboutit à:

$$F_{mn}(\rho) = \frac{[\pi(2 - \delta_{0mn})]^{1/2}}{2 \left[ \frac{J_m^2(kb)}{J_m^2(ka)} - 1 \right]^{1/2}} \left[ J_m(k\rho)N_m(kb) - N_m(k\rho)J_m(kb) \right] \quad (I-42)$$

$\delta_{0mn}$  est le symbole de Kronecker.

En procédant comme dans les cas précédents, nous obtenons pour les différents modes le système:

$$\begin{cases} E_{z_{mn}} = k^2 F_{mn}(k\rho) \frac{\cos}{\sin} m\varphi \exp(j\beta z) \\ E_{\rho_{mn}} = j\beta k F_{mn}(k\rho) \frac{\sin}{\cos} m\varphi \exp(j\beta z) \\ E_{\varphi_{mn}} = \pm j\beta \frac{m}{\rho} F_{mn}(k\rho) \frac{\sin}{\cos} m\varphi \exp(j\beta z) \\ H_{\varphi_{mn}} = \frac{1}{Z_e} E_{\rho_{mn}}, \quad H_{\rho_{mn}} = -\frac{1}{Z_e} E_{\varphi_{mn}}, \quad H_{z_{mn}} = 0 \\ \text{et} \\ \beta = \sqrt{p^2 - k^2}, \quad Z_e = \beta/\omega\epsilon \end{cases} \quad (I-43)$$

### I-6.2.2. Etude des modes TE :

Nous avons pour solution générale de l'équation (I-36) :

$$\Psi(\rho, \varphi) = [\alpha J_m(k\rho) + \beta N_m(k\rho)] \frac{\cos}{\sin} m\varphi \quad (I-44)$$

Avec les conditions aux limites:  $\frac{d\Psi}{d\rho} = 0$  sur les parois  $C_1$  et  $C_2$

La prise en considération de ces conditions avec celle de normalisation permet d'écrire:

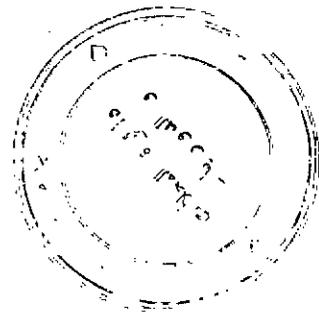
$$\Psi_{mn}(\rho, \varphi) = \frac{[\pi(2 - \delta_{0mn})]^{1/2}}{2} \frac{[J_m(k\rho)N_m(kb) - N_m(k\rho)J_m(kb)] \frac{\cos}{\sin} m\varphi}{\left\{ \left[ \frac{J_m(kb)}{N_m(ka)} \right]^2 \left[ 1 - \left( \frac{m}{ka} \right)^2 \right] - \left[ 1 - \left( \frac{m}{kb} \right)^2 \right] \right\}^{1/2}} \quad (I-45)$$

Ainsi nous aurons les expressions :

$$\left\{ \begin{array}{l} H_{z_{mn}} = k^2 G_{mn}(k\rho)_{\sin}^{\cos} m\varphi \exp \varphi(j\beta z) \\ H_{\rho_{mn}} = j\beta G_{mn}(k\rho)_{\sin}^{\cos} m\varphi \exp(j\beta z) \\ H_{\varphi_{mn}} = \pm j\beta \frac{m}{\rho} G_{mn}(k\rho)_{\cos}^{\sin} m\varphi \exp(j\beta z) \\ E_{\varphi_{mn}} = -Z_e H_{\rho_{mn}}, \quad E_{\rho_{mn}} = Z_e H_{\varphi_{mn}}, \quad E_{z_{mn}} = 0 \end{array} \right.$$

et

$$\beta = \sqrt{p^2 - k^2}, \quad Z_e = \omega\mu/\beta$$



(I-46)

Les fréquences de coupure les plus basses correspondent au mode  $TM_{01}$  et  $TE_{10}$  leurs longueurs d'ondes sont données:

$$\lambda_{c(01)} \approx 2(a-b) \quad (I-47)$$

$$\lambda_{c(10)} \approx \pi(a-b) \quad (I-48)$$

### I-6.2.3 : Etude du mode TEM:

Dans le cas du guide coaxial, il existe un autre mode de propagation dû à l'existence de l'onde purement transversale TEM.

Une onde TEM peut être considérée comme une onde TM pour laquelle  $k = 0$ , de sorte que l'équation de propagation s'écrira :

$$\left( \frac{\partial^2}{\partial \rho^2} + \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \right) \Phi = \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left( \rho \frac{\partial \Phi}{\partial \rho} \right) = 0 \quad (I-49)$$

Avec les conditions:

$$\left\{ \begin{array}{l} \Phi = \Phi_1, \quad \text{sur la paroi } C_1 \\ \Phi = \Phi_2, \quad \text{sur la paroi } C_2 \end{array} \right. \quad (I-50)$$

l'équation (I-44) admet pour solution :

$$\Phi = A \log \rho + B \quad (I-51)$$

ce qui permet de donner  $E_\rho$  et  $H_\varphi$  par:

$$\begin{aligned} E_\rho &= \frac{A}{\rho} \exp(j\beta z) \\ (\mu/\epsilon)^{1/2} H_\varphi &= \frac{A}{\rho} \exp(j\beta z) \end{aligned} \quad (\text{I-52})$$

on définit l'impédance caractéristique  $Z_c$  à partir du calcul du courant et de la tension dans le guide [4]:

$$Z_c = \frac{1}{2\pi} \left( \frac{\mu}{\epsilon} \right)^{1/2} \text{Log} \frac{a}{b} \quad (\text{I-53})$$

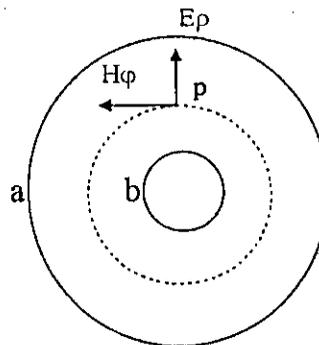


Fig. (I-5): Directions des champs dans le guide coaxial.

# MESURES EN HYPERFREQUENCES

---

### II-1. Introduction:

En hyperfréquences, la permittivité complexe de la matière peut être déterminée par les techniques des guides d'ondes, des cavités résonnantes ou en espace libre [8].

Les méthodes de mesure en espace libre [9] sont les mieux recommandées pour la détermination de la permittivité et la perméabilité complexes, en large bande de fréquences. Toute fois, la précision des mesures n'est pas bonne à cause des effets de diffraction autour de l'échantillon à caractériser ainsi que les réflexions multiples entre les cornets d'antennes de transmission et de réception.

Pour ces raisons, nous avons préféré travailler en propagation guidée, à fréquence fixe puis en large bande en domaine fréquentiel.

En fait, dans la propagation en large bande, on peut distinguer deux domaines:

- un domaine fréquentiel [3], [6]: basé sur l'emploi d'analyseurs de réseaux vectoriels et scalaires composés d'une source hyperfréquence et des dispositifs de séparation des signaux.

- un domaine temporel [10]-[14]: en employant des oscilloscopes échantillonneurs programmables, pour la génération de l'échelon, associés à un ensemble de tests.

Le principe de base de toutes les techniques de mesure citées, repose sur la mesure des coefficients de réflexion et/ou de transmission à partir desquels les paramètres  $\epsilon$  et  $\mu$  du matériau sont tirés.

## II-2. Mesures à fréquence fixe:

### II.2.1. : Méthode utilisée:

Parmi toutes les méthodes de mesure des permittivités complexes par réflexion en guide d'onde, on s'est intéressé à la méthode du court-circuit.

C'est la méthode qui se prête le mieux à l'étude des permittivités complexes des diélectriques [13]. La grande précision de mesure que l'on peut atteindre avec cette méthode est due au fait que l'onde électromagnétique traverse deux fois l'échantillon. La mesure du coefficient de réflexion en avant de la lame est une mesure globale tenant compte de toutes les réflexions multiples sur la lame et dans la lame.

### II-2.2. : Description du dispositif de mesure:

Le banc de mesure à fréquence fixe, que nous avons utilisé est représenté sur la figure (II-1).

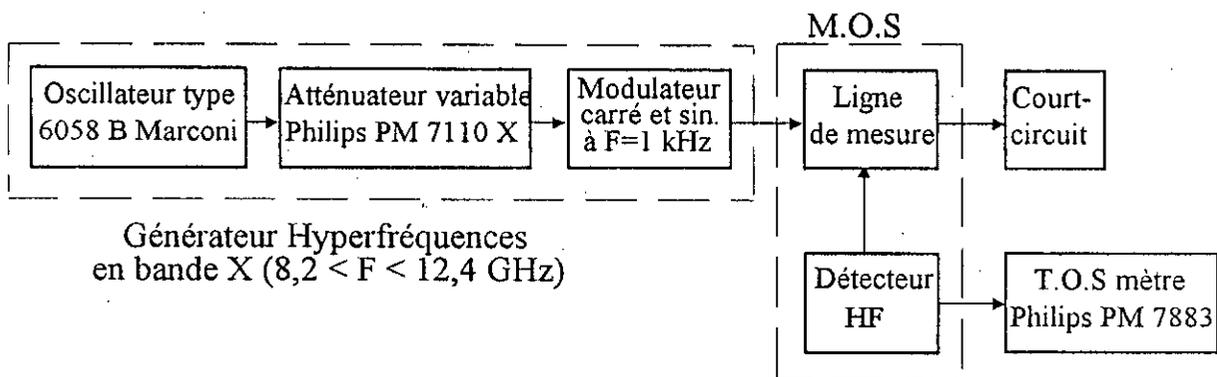


Fig. (II-1): Schéma bloc du banc de mesure à fréquence fixe.

On peut le décomposer en trois parties:

- Le générateur hyperfréquences.
- Le mesureur d'ondes stationnaires.
- Les composants auxilliaires.

### II-2.2.1: Le générateur hyperfréquences:

C'est un oscillateur accordable travaillant en bande X, de type 6058 B Marconi, il délivre une puissance hyperfréquence ajustable de 10 mW à 30 mW et ceci par un atténuateur variable intégré de type PM 71110 X Philips. Le signal délivré est modulé par un signal carré ou sinusoïdal de fréquence 1 kHz. On augmente ainsi la sensibilité de la mesure [3]. La modulation peut se faire aussi par un signal externe à travers un connecteur.

### II-2.2.2. : La ligne de mesure:

C'est l'élément indispensable pour que l'on puisse effectuer des mesures. Elle se compose:

- d'un tronçon de ligne, à la surface duquel une fente longitudinale a été usinée sur une longueur d'onde [15], nous avons vu que cette fente ne va pas couper les lignes de courant indiquées dans la figure (I-3.c). La ligne est dotée d'une règle qui permet la mesure du déplacement effectué correspondant à un minimum et un maximum de champ.

- Un chariot que l'on peut déplacer avec une grande précision, le long du tronçon de ligne fendue.

- Une sonde capacitive très fine portée par le chariot et qui peut pénétrer par la fente à l'intérieur de la ligne pour prélever un signal proportionnel au champ électrique  $E_y^t$ .

### II-2.2.3. : Le détecteur:

Il s'agit d'un redresseur à semi-conducteur, conçu spécialement pour travailler en hyperfréquences, c'est-à-dire ayant un faible temps de transit des porteurs et une faible capacité parasite.

Après détection, la tension mesurée sera proportionnelle à  $|E_y^t|^2$ .

Le dispositif constitué de la ligne de mesure et la diode détectrice est appelé Mesureur d'Ondes Stationnaires (M.O.S) [20], on pourrait donc à l'aide de cet appareil

relever les variations de  $|E_y^1|^2$  avec  $z$ , c'est-à-dire la structure d'ondes stationnaires dans le guide.

Il faut noter que la tension aux bornes de la diode ne doit pas être très grande, pour que les tensions d'ordre de puissance supérieur à un, soient négligées dans l'équation de la caractéristique de la diode.

On aura ainsi après développement un courant continu proportionnel au carré de la tension continue donc à la puissance du signal hyperfréquence d'où l'appellation de "détecteur quadratique". La détection quadratique est réalisée en atténuant le signal provenant du générateur et en ajustant l'enfoncement de la sonde dans la ligne de mesure à travers la fente.

#### II-2.2.4. : Le T.O.S mètre:

Le signal redressé issu du détecteur est amplifié à l'aide d'un amplificateur intégré de gain important et très sélectif pour réduire le bruit et éviter aussi les problèmes de dérive [3]; cet amplificateur a deux bandes: la première de 20 Hz et la deuxième de 100 Hz, et où nous avons choisi de travailler dans la première.

Le T.O.S mètre est gradué en dB et en valeurs de T.O.S naturel.

La graduation fournit directement une lecture proportionnelle au champ électrique, égale à:

$$\text{T.O.S (dB)} = 20 \log \left( \frac{U_{\max}}{U_{\min}} \right) = 20 \log (\text{T.O.S naturel})$$

#### II-2.3. : Détermination de la permittivité complexe des matériaux : [15] - [22]

##### II-2.3.1. : Etude théorique:

Considérons un guide d'ondes propageant le mode  $TE_{10}$ , et terminé par un court-circuit, il est entièrement rempli par un diélectrique d'épaisseur "e" comme c'est indiqué dans la figure (II-2):

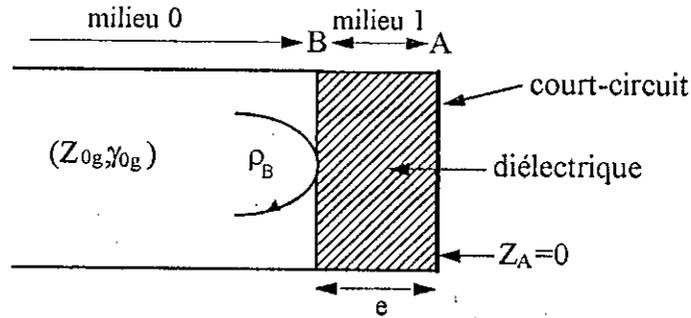


Fig. (II-2): Guide d'ondes rempli par le diélectrique et court-circuité.

Les milieux 0 et 1 sont respectivement caractérisés par des constantes de propagation guidée:  $\gamma_{0g}$  et  $\gamma_{1g}$  et par des impédances caractéristiques  $Z_{0g}$  et  $Z_{1g}$ .

L'impédance au niveau du plan passant par B se déduit des ondes stationnaires:

$$E(z, t) = E(t) \left[ e^{+\gamma_{1g} z} + \rho_A e^{-\gamma_{1g} z} \right] \quad (\text{II-1})$$

$$H(z, t) = \frac{E(t)}{Z_{1g}} \left[ e^{+\gamma_{1g} z} - \rho_A e^{-\gamma_{1g} z} \right] \quad (\text{II-2})$$

Le coefficient de réflexion en A est:

$$\rho_A = \frac{Z_A - Z_{1g}}{Z_A + Z_{1g}} \quad (\text{II-3})$$

$$Z_B = \frac{E(z, t)}{H(z, t)} = Z_{1g} \frac{Z_A + \text{th}(\gamma_{1g} e)}{Z_{1g} + Z_A \text{th}(\gamma_{1g} e)} \quad (\text{II-4})$$

En A, le guide est court-circuité, l'impédance est donc  $Z_A = 0$ , d'où:

$$Z_B = Z_{1g} + \text{th}(\gamma_{1g} e) \quad (\text{II-5})$$

Si on considère les impédances réduites en B, on trouve à la fois:

$$z_1 = \frac{Z_B}{Z_{1g}} = \text{th}(\gamma_{1g} e) \quad (\text{II-6})$$

et

$$z_0 = \frac{Z_B}{Z_{0g}} = \frac{Z_{1g}}{Z_{0g}} \operatorname{th}(\gamma_{1g} e) \quad (\text{II-7})$$

or, avec les relations suivantes:

$$\gamma^2 + \varepsilon\mu\omega^2 = 0 \quad \text{et} \quad z = \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}}$$

il est facile de montrer que pour les milieux non magnétiques ( $\mu_r = 1$ ), on a l'invariance du produit  $Z \cdot \gamma$  :

$$Z_{0g} \gamma_{0g} = Z_{1g} \gamma_{1g} = j\omega\mu \quad (\text{II-8})$$

Dans le tronçon 0, du guide, les pertes étant négligeables ( $\alpha_{0g} = 0$ ):

$$\gamma_{0g} = j\beta_{0g} = j \frac{2\pi}{\lambda_{0g}}$$

d'où:

$$\frac{Z_{1g}}{Z_{0g}} = \frac{\gamma_{0g}}{\gamma_{1g}} = j \frac{2\pi}{\lambda_{0g}} \frac{1}{\gamma_{1g}} \quad (\text{II-9})$$

$\lambda_{0g}$  étant la longueur d'onde guidée, à partir de (II-7) et (II-9):

$$z_0 = j \frac{2\pi}{\lambda_{0g}} \frac{\operatorname{th}(\gamma_{1g} e)}{\gamma_{1g}} \quad (\text{II-10})$$

La résolution de l'équation de propagation:

$$\Delta E - \varepsilon\mu \frac{\partial^2 E}{\partial t^2} = 0$$

donne pour une onde  $TE_{10}$ :

$$\frac{\pi^2}{\lambda_c^2} E + \gamma_g^2 E = -\varepsilon\mu\omega^2 E \quad (\text{II-11})$$

Cette équation nous permet de déduire une relation entre la constante de propagation guidée et la permittivité complexe du milieu 1:

$$\gamma_{1g} = 2\pi \left[ \frac{1}{\lambda_c^2} - \frac{\varepsilon_1 \mu_1}{\lambda_0^2} \right]^{1/2} \quad (\text{II-12})$$

$\lambda_0$  étant la longueur d'onde dans le vide.

En prenant  $\mu_1 = 1$ , et à partir de (II-10) et (II-12) l'impédance réduite  $z_0$  sera reliée à la permittivité complexe par:

$$z_0 = \frac{j}{\lambda_{0g}} \frac{\text{th} \left[ 2\pi e \left( \frac{1}{\lambda_C^2} - \frac{\epsilon_1}{\lambda_0^2} \right)^{\frac{1}{2}} \right]}{\left( \frac{1}{\lambda_C^2} - \frac{\epsilon_1}{\lambda_0^2} \right)^{\frac{1}{2}}} \quad (\text{II-13})$$

Or, pour les ondes stationnaires, à un minimum de champ électrique correspond l'impédance:

$$Z_m = Z_{0g} \frac{1 - |\rho_B|}{1 + |\rho_B|} = \frac{Z_{0g}}{\theta} \quad (\text{II-14})$$

Comme l'impédance réduite  $z_m = \frac{Z_m}{Z_{0g}}$  est liée à l'impédance réduite  $z_0$  par:

$$z_m = Z_{0g} \frac{z_0 + \text{th} \gamma_{0g} d_m}{1 + z_0 \text{th} \gamma_{0g} d_m} = \frac{1}{\theta} \quad (\text{II-15})$$

$d_m$  représente la distance entre le minimum du champ et le plan passant par B.

Comme  $\gamma_{0g} = j\beta_{0g}$ , l'équation (II-15) s'écrit:

$$\frac{1}{\theta} = \frac{z_0 + j \text{tg} \left( \frac{2\pi d_m}{\lambda_{0g}} \right)}{1 + j z_0 \text{tg} \left( \frac{2\pi d_m}{\lambda_{0g}} \right)} \quad (\text{II-16})$$

d'où:

$$z_0 = \frac{1 - j\theta \text{tg} \left( \frac{2\pi d_m}{\lambda_{0g}} \right)}{\theta - j\theta \left( \frac{2\pi d_m}{\lambda_{0g}} \right)} \quad (\text{II-17})$$

La connaissance de la position d'un minimum de champ et du T.O.S qui lui est associé, permet le calcul de  $z_B$  et par-là, la permittivité. Comme, généralement  $d_m$  est notée positivement de la source vers la charge (sens de l'onde incidente), on a, à partir de (II-13) et (II-17) la relation:

$$\frac{\operatorname{th} 2\pi e \sqrt{\frac{1}{\lambda_c} - \frac{\epsilon_1}{\lambda_0^2}}}{\sqrt{\frac{1}{\lambda_c} - \frac{\epsilon_1}{\lambda_0^2}}} = -j\lambda_{0g} \left[ \frac{1 + j\theta \operatorname{tg} \frac{2\pi d_m}{\lambda_{0g}}}{\theta + j\operatorname{tg} \frac{2\pi d_m}{\lambda_{0g}}} \right] \quad (\text{II-18})$$

### II.2.3.2. : Expérimentation:

#### a- Evaluation de $d_m$ :

On représente dans la figure (II-3) le phénomène d'ondes stationnaires dans le guide d'onde en absence et en présence de l'échantillon.

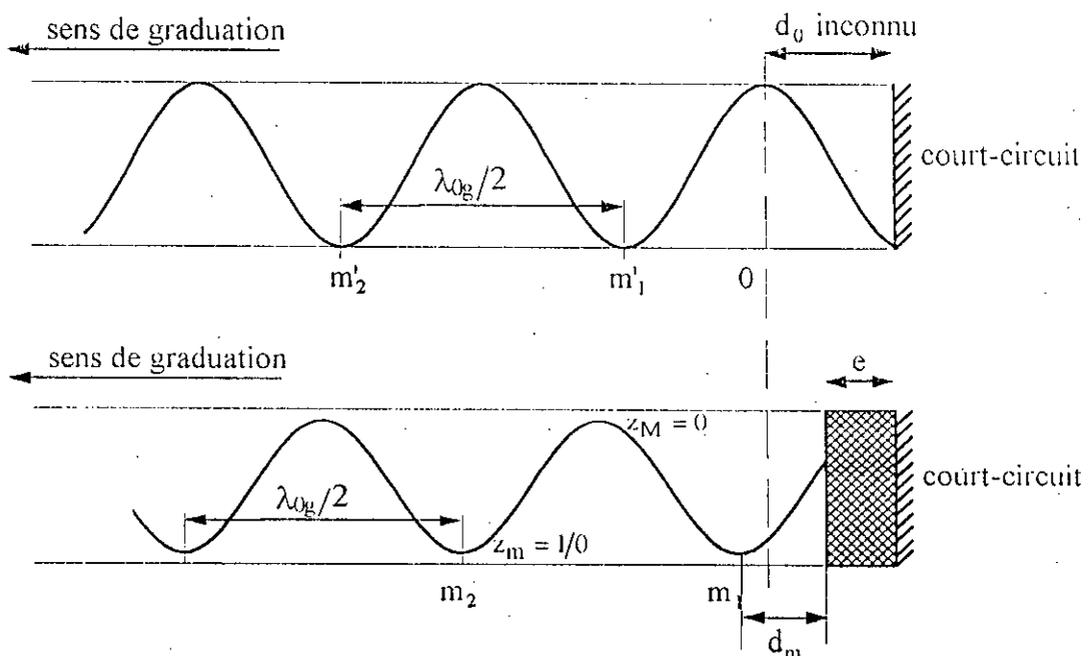


Fig. (II-3): Représentation des ondes stationnaires et des paramètres à mesurer.

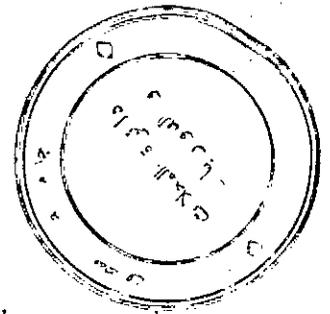
La procédure de mesure de  $d_m$  s'effectue comme suit:

- Mesure de la position  $m$  d'un minimum en présence de l'échantillon.
- Mesure de la position  $m'$  d'un minimum en court-circuit.

Nous avons ainsi:

$$d_0 + m = e - d_m$$

$$d_0 + m' = \frac{\lambda_{0g}}{2}$$



On pourrait négliger le terme  $-\lambda_{0g}/2$ , et ceci comme suit: après la mesure de  $m$  en présence de l'échantillon, on laisse la position du chariot à cet endroit. On enlève l'échantillon, on place le court-circuit et on commence à la recherche du premier minimum  $m'$  dans le sens de la graduation. Ainsi nous aurons:

$$d_m = m' + e - m \quad (II-19)$$

### b- Détermination de $\lambda_{0g}$ :

La détermination de  $\lambda_{0g}$  est directe comme c'est illustré dans la figure (II-3). Il suffit de mesurer la distance entre deux minimums, soit en court-circuit ( $m'_1$  et  $m'_2$ ) ou avec l'échantillon ( $m_2 - m_1$ ):

$$\frac{\lambda_{0g}}{2} = (m'_2 - m'_1) = (m_2 - m_1)$$

d'où:

$$\lambda_{0g} = 2(m'_2 - m'_1) = 2(m_2 - m_1) \quad (II-20)$$

La mesure de  $\lambda_{0g}$  en court-circuit et en présence de l'échantillon nous permet de comparer les deux résultats obtenus et de refaire les mesures s'ils ne sont pas identiques.

### c- Evaluation et correction de $\theta$ :

Le calcul de  $\theta$  se fait par application de:

$$\theta = \frac{|E|_{\max}}{|E|_{\min}} = \frac{U_{\max}}{U_{\min}}$$

Nos mesures étaient en dB, d'où:

$$\theta(\text{dB}) = 20 \log U_{\max} - 20 \log U_{\min}$$

Toute fois,  $\theta$  mesuré ne représente pas le taux d'ondes stationnaires réel. En effet, le T.O.S à vide d'une ligne court-circuitée est infini, or ce n'est pas le cas dans la pratique où les pertes et les réflexions parasites se manifestent dans le guide [15], [20]. D'où la nécessité de chercher une relation reliant le T.O.S à vide au T.O.S mesuré, afin qu'on puisse améliorer la mesure.

En calculant l'impédance réduite d'une ligne à perte de longueur  $l$  et d'impédance caractéristique  $Z_c$ , on pourrait tirer une relation liant les coefficients de réflexions mesuré, vrai et en court-circuit à savoir:  $\rho_m$ ,  $\rho_v$  et  $\rho_{cc}$ . A partir de cette dernière on déduit par simplification que [19], [20]:

$$\frac{1}{\theta_r} = \frac{1}{\theta_m} - \frac{1}{\theta_{cc}} \quad (\text{II-21})$$

#### d- Résolution de l'équation transcendante:

L'équation (II-18) pourrait s'écrire de la façon suivante:

$$\frac{\text{th}z}{z} = -j \frac{\lambda_{0g}}{2\pi e} \left[ \frac{1 + j\theta_v \cdot \text{tg} \frac{2\pi d_m}{\lambda_{0g}}}{\theta_v + j \text{tg} \frac{2\pi d_m}{\lambda_{0g}}} \right]$$

Tous les paramètres du deuxième membre sont calculés, on pourrait donc écrire:

$$\frac{\text{th}z}{z} = C$$

où  $C$  est un nombre complexe de la forme:  $C = a + jb$ , et on aura ainsi l'équation transcendante suivante:

$$\text{th}z = C \cdot z$$

qui peut aussi s'écrire:

$$\text{th}z = f(z) \quad (\text{II-22})$$

Cette équation admet une infinité de solutions dans le plan complexe.

En décomposant ce plan en bandes parallèles à l'axe des réels:

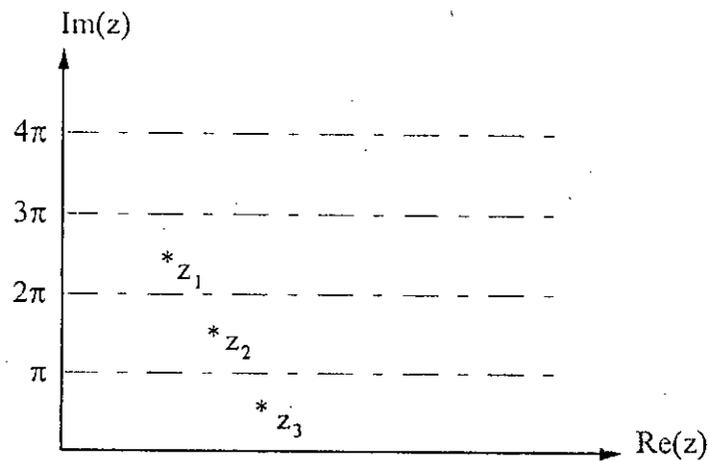


Fig. (II-4): Représentation des zéros de la fonction dans le plan complexe.

On démontre que, dans chaque bande, il n'y a qu'une seule valeur  $z_m$  qui annule l'équation (II-22) [13].

En écrivant: 
$$z = z + j(n\pi + \pi/2)$$

et en utilisant les propriétés:

$$\text{th}(X + jn\pi) = \text{th}(X)$$

$$\text{th}(X + jn\pi/2) = \text{th}^{-1}(X)$$

on déduit:

$$f(z) = 1/\text{th}(z)$$

soit:

$$z = \text{archth}[f^{-1}(z)]$$

ou encore:

$$z = j(n\pi + \pi/2) + \text{archth}[f^{-1}(z)] \quad (\text{II-23})$$

Pour  $n = 0$ , on prend la valeur initiale:  $z = j\pi/2$  pour démarrer le processus itératif. On l'introduit dans (II-23), la valeur obtenue pour  $z$  est alors réintroduite dans le second membre de (II-23) et ainsi de suite. Par la méthode d'Euler, ce processus

converge très rapidement vers  $z_0$  (premier zéro contenu dans la première bande) dès lors la fonction  $f(z)$  reste supérieure à l'unité.

Les propriétés de la périodicité des fonctions hyperboliques et exponentielles complexes nous permettent d'avoir plusieurs solutions à partir d'un même résultat expérimental. Cela se traduit physiquement par l'existence de plusieurs demi-longueurs d'ondes dans l'échantillon qu'on ne pourrait pas prévoir. Ainsi on utilise la notion de détermination pour procéder au recouplement des résultats [15].

On dit que l'échantillon est à la  $k^{\text{ème}}$  détermination, lorsqu'il y aura la possibilité d'y loger  $k$  maximum d'ondes stationnaires. La relation existant entre l'épaisseur de l'échantillon "e" et sa longueur d'onde est:

$$e = (2k - 1) \frac{\lambda_g}{4} \pm \frac{\lambda_g}{4}$$

ainsi pour:  $k = 1 \Rightarrow 0 \leq e_1 \leq \frac{\lambda_g}{2}$

$$k = 2 \Rightarrow \frac{\lambda_g}{2} \leq e_2 \leq \lambda_g$$

#### e- Incertitudes de mesures:

Les incertitudes [20] sont liées essentiellement aux erreurs de mesures sur le taux d'ondes stationnaires  $\theta$ , les minimums de champ  $m$  et  $m'$ , d'où le déplacement  $d_m$  et sur l'épaisseur de l'échantillon  $e$ . On pourrait les évaluer à:

$$- \Delta e < 1/100 \text{ mm}$$

$$- 0,02 \text{ mm} < d_m < 0,10 \text{ mm}$$

$$- \frac{\Delta \varepsilon''}{\varepsilon''} = \frac{\Delta \theta}{\theta}$$

En plus de ces erreurs instrumentales, peuvent s'ajouter les erreurs propres à l'échantillon à caractériser (nature, planéité, homogénéité, choix de son épaisseur). En effet, si l'échantillon ne remplit pas parfaitement le guide, il peut se glisser des lames d'air, d'où l'apparition d'un champ dépolarisant faisant baisser les valeurs de  $\varepsilon'$  [20].



## II-3 Mesures en large bande de fréquences:

### II.3.1. Méthode utilisée:

Nous avons utilisé un analyseur de réseau vectoriel HP 8510 B, qui nous permet de faire des mesures sur une gamme de fréquence allant de 45 MHz à 20 GHz. Il commande une source hyperfréquence constituée d'un synthétiseur de fréquences HP 4341 B, qui offre une très grande stabilité lors du balayage de la bande souhaitée et ceci sur 201 points de mesure. Le choix de la méthode s'est fixé sur les mesures en réflexion-transmission qui, contrairement aux méthodes du court-circuit et de la première réflexion, permettent de déterminer en plus de la permittivité complexe la perméabilité complexe.

### II.3.2. Description du dispositif utilisé:

L'analyseur de réseau HP 8510 B, travaille dans une large gamme de fréquence étalée entre 45 MHz et 110 GHz, suivant la configuration installée.

Il comprend, comme c'est indiqué dans la figure (II-5), 4 modules. Deux sont communs à toutes les configurations. Ce sont le processeur et le détecteur FI (fréquence intermédiaire) qui sert de lien entre le processeur et les mesures hyperfréquences. Les modules non communs sont: la source et le test set qui dépendent de la bande de fréquences utilisée.

Ces quatre modules sont mis au centre d'un système informatique pour être informatisés.

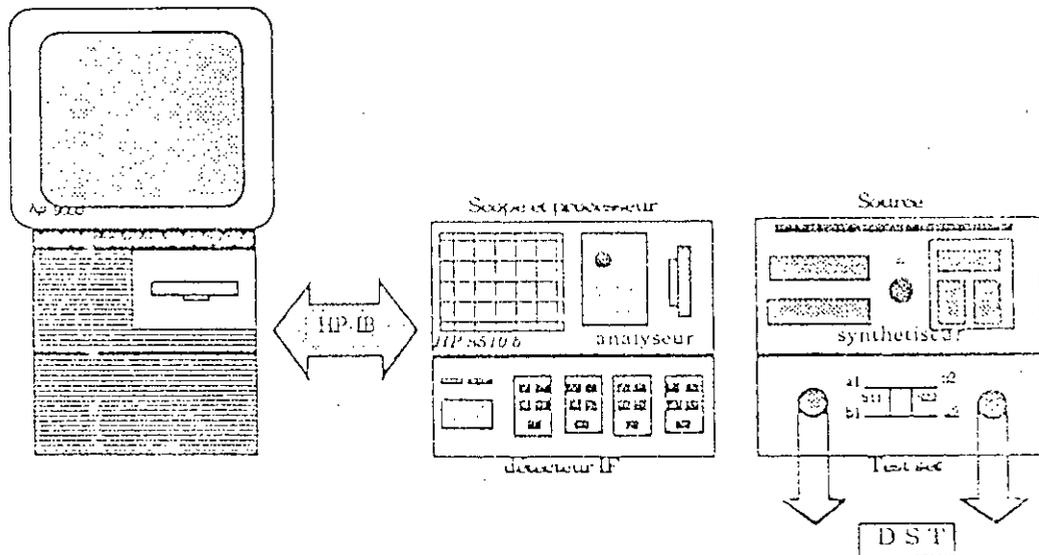


Fig. (II-5): Schéma de l'ensemble Analyseur de réseau / Ordinateur.

On présente dans la figure (II-6) son schéma bloc.

Le dispositif de séparation des signaux sépare le signal stimulé par la source en un signal incident envoyé au dispositif sous test et un signal de référence avec lequel l'amplitude et la phase des signaux transmis et réfléchis sont comparés. Ces signaux sont générés par l'analyseur [21], [23] afin de développer et afficher les quotients complexes en amplitude et en phase.

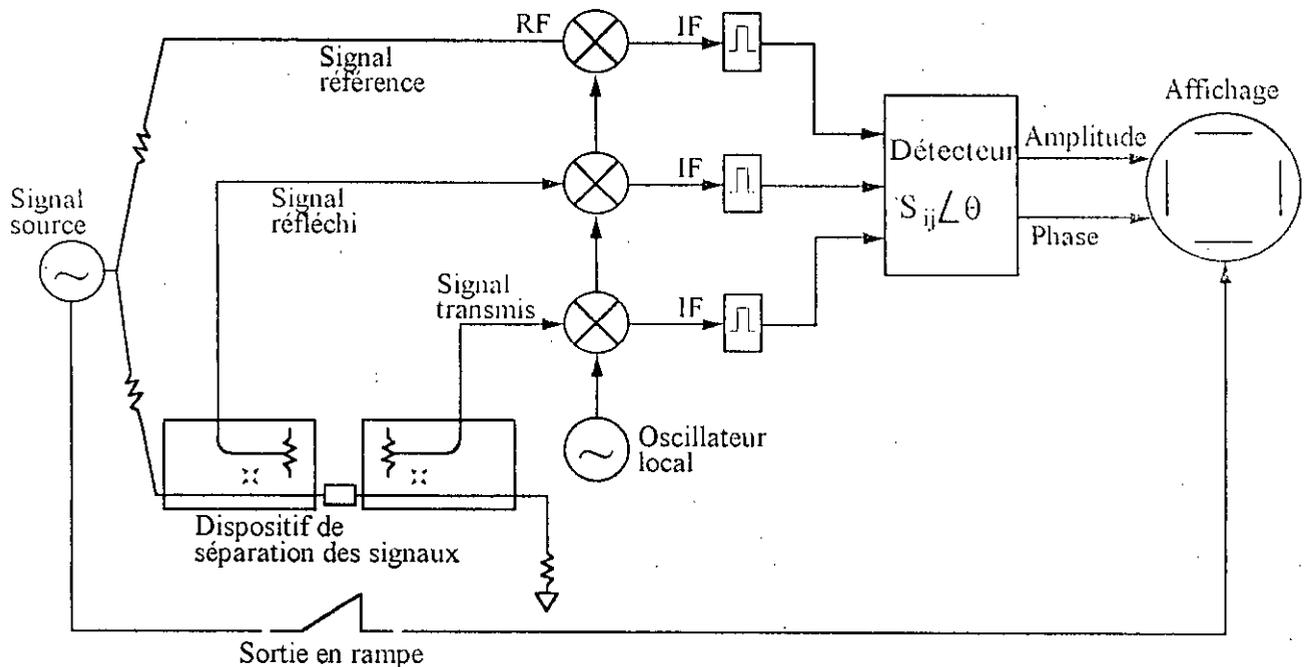


Fig. (II-6): Schéma bloc de l'analyseur de réseau.

### II-3.3. Principe de mesure:

Le principe de l'analyseur est de mesurer les coefficients  $S_{ij}$  de la matrice de répartition [5], à chaque pas de fréquence.

En effet, tout quadripôle hyperfréquence peut être schématisé par le graphe représenté sur la figure (II-7).

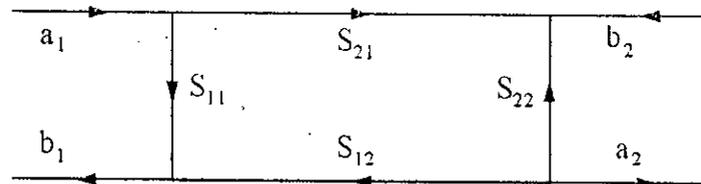


Fig. (II-7): Graphe de fluence d'un quadripôle hyperfréquence.

Le quadripôle est défini par sa matrice de répartition [25] dont les coefficients de réflexion et de transmission sont donnés par:

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \end{bmatrix} = [S] \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \end{bmatrix}$$

L'analyseur possédant deux accès, si l'on envoie l'onde incidente par l'accès 1, elle est représentée vectoriellement par le terme  $a_1$ , le terme  $b_1$  représente l'onde réfléchie et le terme  $b_2$  l'onde transmise [8].

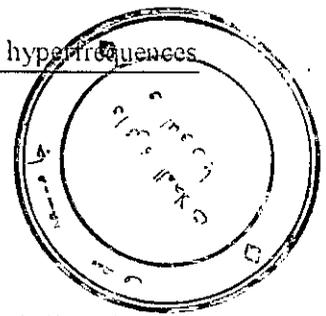
Ainsi, le coefficient de réflexion du quadripôle étudié est:

$$S_{11}(\omega) = \frac{b_1(\omega)}{a_1(\omega)}$$

Tandis que le coefficient de transmission est donné par la relation:

$$S_{21}(\omega) = \frac{b_2(\omega)}{a_1(\omega)}$$

Si on envoie l'onde incidente par l'accès 2, il faut inverser les indices 1 et 2 dans les deux relations ci-dessus. L'analyseur permet d'effectuer jusqu'à 801 points de mesure dans la bande choisie.



### II-3.4. Etapes de mesure:

#### II-3.4.1. Le calibrage:

Toute mesure n'est exploitable que si un calibrage préalable a été réalisé dans le but de déterminer et de quantifier toutes les imperfections du système [26] et ceci pour nous ramener à partir d'un appareil réel à un dispositif idéal, pour qu'alors les mesures effectuées reflètent la réalité du DST et non celle de l'appareil de mesure.

Le calibrage [27] consiste à mesurer les coefficients cités grâce aux éléments étalons.

Dans cette étape on fixe la fréquence de départ et d'arrivée en GHz, le nombre de points de mesure (51, 101, 201, 401 et 801) et le type de calibration soit sur un seul port soit sur les deux.

Ayant travaillé avec les deux ports, le calibrage se fait sur quatre étapes:

- Calibrage de court-circuit port 2.
- Calibrage de la charge adaptée port 2.
- Transmission directe entre les ports 1 et 2.

Une fois le calibrage est réalisé, on le stocke dans une mémoire interne de l'analyseur.

#### II-3.4.2. L'étalonnage (définition des mesures de référence):

L'étalonnage de la cellule permet de prendre en compte les défauts de la cellule et de corriger ainsi les mesures brutes des paramètres  $S_{ij}$  pour parvenir à la matrice  $S_{é\text{ch}}$  propre à l'échantillon.

En "2-ports", l'étalonnage consiste à mesurer les coefficients de réflexion de la cellule avec deux court-circuits intérieurs (port 1 et 2) et les coefficients de transmission de la cellule vide.

Les coefficients d'étalonnage  $S_{ij\text{étal}}$  peuvent être stockés sur disquette afin d'être utilisés ultérieurement lors du calcul des caractéristiques électromagnétiques.

### II-3.4.3. Mesures et corrections:

Ayant réalisé un étalonnage de la cellule de mesure vide, on peut procéder maintenant à des mesures des matériaux. On place la cellule dans laquelle est inséré l'échantillon entre les deux voies de mesure du test set. On obtient ainsi la matrice globale  $S_{ij \text{ mes}}$  du système cellule/échantillon. Pour parvenir à la matrice  $S_{ij \text{ ch}}$  il faut normaliser  $S_{ij \text{ mes}}$  par rapport à la matrice d'étalonnage  $S_{ij \text{ tal}}$ .

On obtient finalement [26], [28]:

- pour les termes de réflexions ( $i = j$ ):

- pour les modules:

$$|S_{ij \text{ ch}}| = \frac{|S_{ij \text{ mes}}|}{|S_{ij \text{ tal}}|} \quad \text{avec } i = j = 1, 2$$

- et pour les phases:

$$\varphi_{11 \text{ ch}} = \varphi_{11 \text{ mes}} - \varphi_{11 \text{ tal}}$$

$$\varphi_{22 \text{ ch}} = \varphi_{22 \text{ mes}} - \varphi_{22 \text{ tal}} - 2\beta_0 e$$

- pour les termes de transmission ( $i \neq j$ ):

- pour les modules:

$$|S_{ij \text{ ch}}| = \frac{|S_{ij \text{ mes}}|}{|S_{ij \text{ tal}}|}$$

- pour les phases:

$$\varphi_{ij \text{ ch}} = \varphi_{ij \text{ mes}} - \varphi_{ij \text{ tal}} - \beta_0 e$$

### II-3.4.4. Traitement mathématique:

La mesure des paramètres S permet de déterminer la permittivité complexe selon la procédure que nous allons décrire

La figure (II-8) montre les champs électriques et magnétiques, incidents, réfléchis et transmis dans la cellule de mesure ainsi que les impédances intrinsèques de la ligne et de l'échantillon.

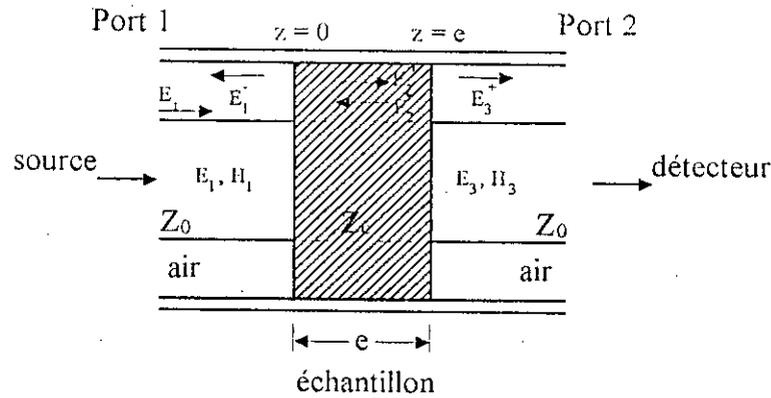


Fig. (II-8): Ligne coaxiale remplie du matériau

L'introduction d'un matériau autre que l'air dans la ligne produit un changement de son impédance caractéristique [26], [28]. La réflexion sur un plan de discontinuité d'impédance caractéristique est décrite par la relation:

$$\rho = \frac{Z_1 - Z_0}{Z_1 + Z_0} = \frac{\sqrt{\frac{\mu_1}{\epsilon_1}} - 1}{\sqrt{\frac{\mu_1}{\epsilon_1}} + 1} \quad (\text{II-24})$$

où:  $\epsilon_1$  et  $\mu_1$  sont les permittivité et perméabilité relatives du matériau.

Nous avons [23]:

$$\begin{aligned} E_1 &= E_i e^{-\gamma_0 z} + E_1^- e^{\gamma_0 z} \\ H_1 &= \frac{1}{Z_0} (E_i e^{-\gamma_0 z} - E_1^- e^{\gamma_0 z}) \quad z \leq 0 \end{aligned} \quad (\text{II-25})$$

$$\begin{aligned} E_2 &= E_2^+ e^{-\gamma_1 z} + E_2^- e^{\gamma_1 z} \\ H_2 &+ \frac{1}{Z_1} (E_2^+ e^{-\gamma_1 z} + E_2^- e^{\gamma_1 z}) \quad 0 \leq z \leq e \end{aligned} \quad (\text{II-26})$$

$$\begin{aligned} E_3 &= E_3^+ e^{-\gamma_0 (z-e)} \\ H_3 &= \frac{1}{Z_0} (E_3^+ e^{-\gamma_0 (z-e)}) \quad z \geq e \end{aligned} \quad (\text{II-27})$$

Les conditions aux limites sont:

$$\begin{aligned}
 E_1 = E_2 & \quad \text{à} \quad z = 0 \\
 H_1 = H_2 & \quad \text{à} \quad z = 0 \\
 E_2 = E_3 & \quad \text{à} \quad z = e \\
 H_2 = H_3 & \quad \text{à} \quad z = e
 \end{aligned} \tag{II-28}$$

En résolvant ces conditions aux limites, il est possible de relier  $S_{11}$  et  $S_{21}$  aux coefficients de réflexion  $\rho$  et de transmission  $t$  par les équations suivantes:

$$\begin{aligned}
 S_{11}(\omega) &= \frac{(1-t^2)\rho}{(1-t^2)\rho^2} \\
 S_{21}(\omega) &= \frac{(1-\rho^2)t}{1-t^2\rho^2}
 \end{aligned} \tag{II-29}$$

avec:

$$t = e^{-\gamma_1 e} = \exp\left[-j(\omega/c) \sqrt{\epsilon_1 \mu_1} e\right]$$

A partir des équations (II-25) à (II-28),  $\rho$  et  $t$  peuvent s'écrire:

$$\rho = K \pm \sqrt{K^2 - 1} \tag{II-30}$$

où:

$$\begin{aligned}
 K &= \frac{\{S_{11}^2(\omega) - S_{21}^2(\omega)\} + 1}{2S_{11}(\omega)} \\
 t &= \frac{\{S_{11}(\omega) + S_{21}(\omega)\} - \rho}{1 - \{S_{11}(\omega) + S_{21}(\omega)\} \rho}
 \end{aligned} \tag{II-31}$$

Des équations (II-24) et (II-29), on définit  $x$  et  $y$  comme suit:

$$\frac{\mu_1}{\epsilon_1} = \left(\frac{1+\rho}{1-\rho}\right)^2 = x \tag{II-32}$$

$$\epsilon_1 \mu_1 = -\left\{\frac{c}{\omega e} \operatorname{Ln}\left(\frac{1}{t}\right)\right\}^2 = y \tag{II-33}$$

Il s'ensuit alors:

$$\epsilon_1 = \sqrt{\frac{y}{x}} \tag{II-34}$$

$$\mu_1 = \sqrt{xy} \tag{II-35}$$

$\mu_1$  dans notre cas est égale à 1, alors que  $\varepsilon_1 = \varepsilon_1' - j \varepsilon_1''$ .

#### II-3.4.5. Incertitudes de mesures:

Les incertitudes portent sur les éléments de mesures, c'est-à-dire les coefficients  $S_{ij}$ . Elles ont ensuite une répercussion, avec les calculs de dépouillements, sur les caractéristiques électromagnétiques. Les erreurs  $\Delta S_{ij}$  ont deux origines principales:

a- Les erreurs dues aux appareils, appelées aussi erreurs résiduelles.

La notion technique de l'analyseur donne les incertitudes maximales en module et en phase sur les mesures en réflexion et en transmission [23], [26].

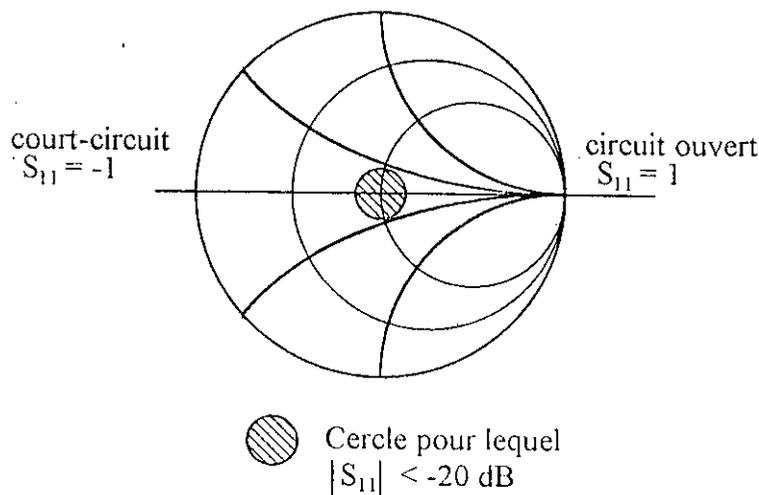


Fig. (II-9): Représentation de la zone d'incertitude maximale sur l'abaque de Smith.

L'erreur [8] sur le module de  $S_{11}$  lorsqu'il est supérieur à 0,9 est typiquement de 2,5% et pour un coefficient de réflexion supérieur à 0,1, l'incertitude sur la phase reste inférieure à 4 %. Par contre la mesure de phase devient beaucoup plus imprécise lorsque le coefficient de réflexion devient plus faible, c'est-à-dire lorsqu'il se trouve dans la partie hachurée de l'abaque de Smith. Cette zone correspond à un coefficient de réflexion inférieur ou égal à 0,01 donc proche d'une charge adaptée.

b- Les erreurs dues au dispositif sous test:

Dans ce cas deux sources d'erreurs peuvent être envisagées:

1- Les défauts de la cellule:

Etant donné que nous procédons à un échantillonnage, ces erreurs sont faibles.

2- L'échantillon:

La plus importante source d'erreur provenant du DST est liée à l'échantillon. Les paramètres pour lesquels il faut être vigilant sont:

- Le parallélisme et la planéité d'entrée et de sortie.

- Une épaisseur de l'échantillon optimale compatible avec des mesures des paramètres  $S_{ij}$  convenables. Le choix de l'épaisseur de l'échantillon est important car, suivant l'épaisseur choisie, les mesures peuvent se trouver dans des zones d'incertitudes importantes (voir fig.(II-9)). Une éventuelle résonance pourrait se produire.

Il n'est pas aisé de définir avant la première mesure, l'épaisseur optimale pour éviter les conditions de résonance. Ainsi, la première mesure permet d'obtenir un ordre de grandeur des paramètres électromagnétiques de l'échantillon. L'épaisseur peut être ensuite ajustée pour avoir un résultat de mesure optimum.

- Les contacts entre l'échantillon et la cellule.

Lorsque les contacts entre le matériau et la cellule présentent des imperfections suite à un mauvais usinage, il est nécessaire de prendre compte de la présence de lames d'air.

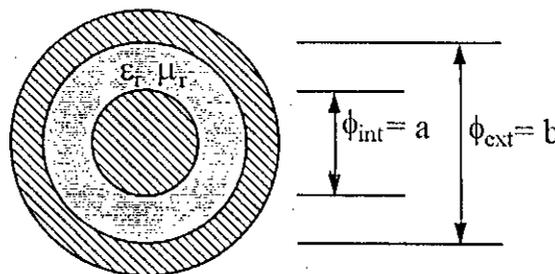


Fig. (II-10): Echantillon à dimensions parfaites

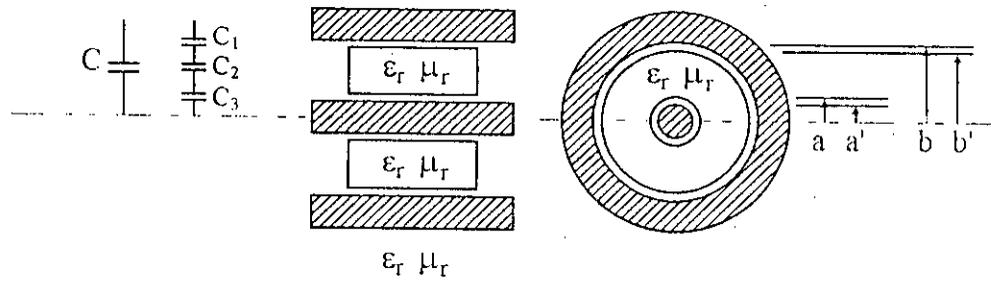


Fig. (II-11): Gaps d'air dans le guide coaxial et capacités parasites associées.

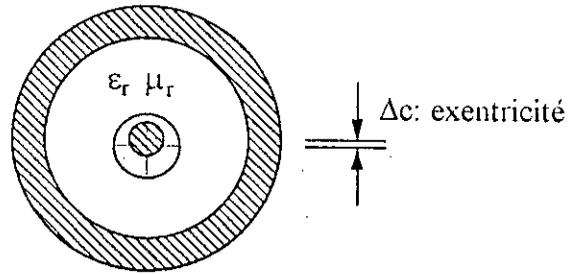


Fig. (II-12): Problème d'excentricité.

## Deuxième Partie

# PROPRIETES DIELECTRIQUES DE LA MATIERE

---

### III-1. Définitions:

#### III-1.1. Permittivité statique:

D'un point de vue électrique, un matériau diélectrique est défini par sa permittivité. Une relation constitutive relie les vecteurs champ électrique  $\vec{E}$ , déplacement  $\vec{D}$ , et vecteur de polarisation  $\vec{P}$  [29], elle est donnée par:

$$\vec{P} = \epsilon_0 \chi \vec{E}$$

et

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P} = \epsilon_0 \epsilon \vec{E} \quad (\text{III-1})$$

$\epsilon_0$ : Permittivité du vide et  $\epsilon$  la permittivité relative du milieu ( $\epsilon = 1 + \chi$ )

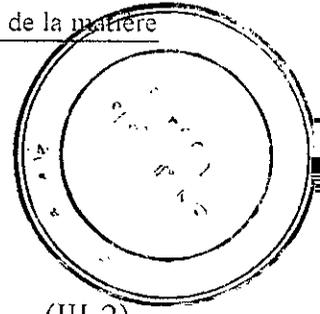
$\chi$ : susceptibilité électrique.

Pour les milieux homogènes isotropes et linéaires [1],  $\chi$  et  $\epsilon$  sont des scalaires, ils deviennent tenseurs d'ordre deux si le milieu est anisotrope et on aura les relations suivantes:

$$\vec{P} = \epsilon_0 \vec{\chi} \vec{E}$$

et

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{\epsilon} \vec{E}$$



(III-2)

Dans d'autres cas plus complexes, la relation reliant les paramètres  $\vec{D}$ ,  $\vec{E}$  et  $\vec{P}$  sera différente et dépendra de la structure du milieu (chiral, non linéaire).

### III-1.2. Notion de polarisation: [29] - [32]

Un dipôle électrique est constitué de deux charges  $+q$  et  $-q$  placées à une distance  $d$  l'une de l'autre, il est caractérisé par un moment dipolaire  $M$ :

$$M = qd \quad (III-3)$$

A l'échelle macroscopique, tout volume de matière est électriquement neutre: il y a compensation très exacte entre charges positives (noyaux) et charges négatives (électrons). A une échelle microscopique; il peut exister des molécules ou des groupements d'atomes dans les solides pour lesquels les barycentres positives et négatives ne coïncident pas. Globalement cette entité porte une charge électrique nulle, mais elle présente un moment dipolaire non nul appelé moment permanent.

Sous l'effet d'un champ électrique extérieur, la matière se polarise; cette polarisation, donnée par l'équation (III-3) se traduit par:

-Un déplacement des électrons par rapport au noyau de telle sorte qu'il apparaît un moment dipolaire dirigé suivant le champ. Ce mécanisme est appelé polarisation électronique  $P_e$ , il s'établit en un temps très court et peut rester actif à des fréquences situées très au delà du domaine des micro-ondes. ( $F \gg 10^{11}$  Hz).

-Un déplacement des ions les uns par rapport aux autres donnant naissance à une polarisations ionique ou atomique  $P_a$ .

Ces deux polarisations ont en commun le fait qu'elles sont indépendantes de la température et existent pratiquement dans tous les milieux.

- Une orientation des moments dipolaires permanents qui n'existe que dans des milieux polaires (liquides comme l'eau) et certains solides où le groupement polaire reste mobile (molécules dans certains ferroélectriques ou polymères). Ces moments sont répartis d'une façon aléatoire avec une moyenne nulle en l'absence d'un champ électrique: il n'y a pas alors de polarisation macroscopique. Un champ électrique extérieur tend à aligner tous ces dipôles dans sa direction provoquant ainsi une polarisation appelée polarisation d'orientation  $P_\mu$ . Cette polarisation ne s'établit qu'après un temps de l'ordre de  $10^{-6}$  à  $10^{-13}$  s en fonction de la structure et de la viscosité du milieu [31] (plus on est près de la sphéricité plus le moment dipolaire est bas). Elle dépend de la température et de la fréquence du champ appliqué.

- Un déplacement des charges libres qui s'accumulent aux interfaces entre face isolante et face conductrice ou à la surface des grains d'une céramique. Cette densité locale de charges est équivalente à une polarisation appelée polarisation interfaciale  $P_i$  (ou polarisation par charges d'espace  $P_e$ ).

La figure (III-1) illustre les quatre polarisations citées:

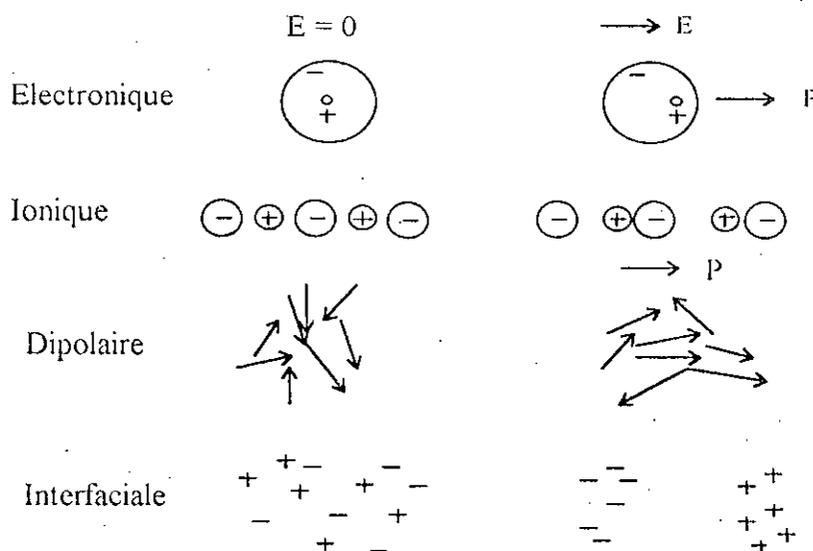


Fig. (III-1): contributions à la polarisation.

Dans le domaine des micro-ondes, la polarisation totale de la matière résulte de l'addition de ces quatre mécanismes :

$$P_t = P_e + P_a + P_\mu + P_i \quad (\text{III-4})$$

Pour des fréquences situées au delà du domaine micro-onde, la fréquence du champ est trop élevée pour que les deux derniers mécanismes restent actifs, par suite, la polarisation se réduit aux deux premiers termes :

$$P_{t(\infty)} = P_e + P_a \quad (\text{III-5})$$

C'est la seule polarisation à considérer si le milieu est homogène, ne possède pas de moments électriques permanents (substances apolaires).

## III-2. Relaxation diélectrique:

### III-2.1. Définitions:

Le phénomène de relaxation diélectrique traduit la dépendance en fréquence de la réponse d'un système (polarisation) à une excitation (champ  $\vec{E}$ ).

Dans les diélectriques ferroélectriques, les relaxations résultent de la présence de groupements polaires susceptibles de s'orienter. A l'équilibre thermodynamique et à température suffisamment élevée (état paraélectrique) la polarisation résultante est nulle. Si cet équilibre est perturbé par l'application d'un champ électrique, l'orientation des dipôles dans le sens du champ entraîne l'apparition d'une polarisation proportionnelle au champ appliqué. Si le champ est annulé, la polarisation induite va diminuer en même temps que la population des groupements retrouve son équilibre thermodynamique. Ce temps de retour à l'équilibre est appelé temps de relaxation symbolisé par  $\tau$ , il représente le temps de réponse du mécanisme de polarisation.

Ce temps de réponse  $\tau$  est comparé à la période  $T$  du champ électrique alternatif appliqué [31], si  $\tau$  est inférieur à  $T$ , la polarisation suit le champ électrique:

$$\bar{P}(t) = \varepsilon_0 (\varepsilon_s - 1) \bar{E}(t) \quad (\text{III-6})$$

Par contre si  $\tau$  est supérieur à  $T$ , les dipôles n'auront plus le temps de s'orienter comme c'est indiqué dans la figure (III-2):

$$\bar{P}(t) = \varepsilon_0 (\varepsilon_\infty - 1) \bar{E}(t) \quad (\text{III-7})$$

$\varepsilon_s$  et  $\varepsilon_\infty$  sont respectivement les permittivités électriques statique ( $F = 0$ ) et à fréquence infinie ( $F = \infty$ ).

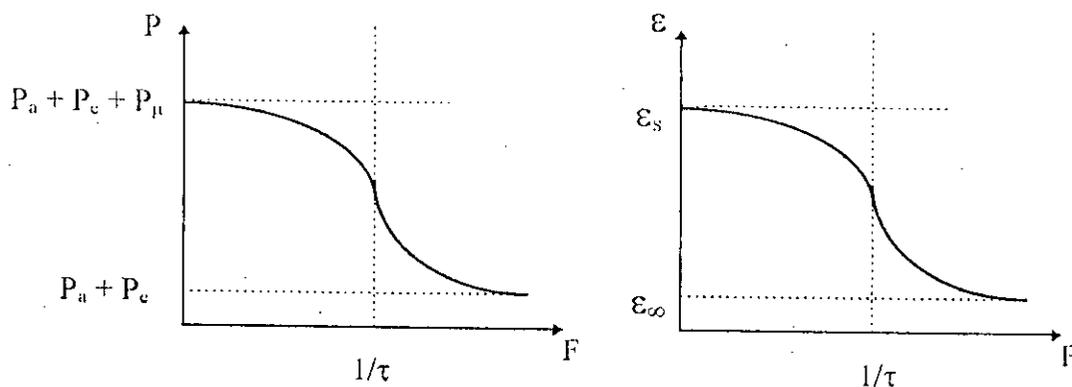


Fig. (III-2): Polarisation et permittivité en fonction de la fréquence dans un milieu isotrope.

Pour un diélectrique parfait isotrope, il y a simple proportionnalité entre la polarisation et le champ à très basse fréquence,  $F \ll 1/\tau$ :

$$\bar{P}(t) = \varepsilon_0 \chi_s \bar{E}(t) \quad (\text{III-8})$$

où  $\chi_s$  est la susceptibilité statique

Cette simple proportionnalité se retrouve aussi lorsqu'on atteint les fréquences élevées  $F \gg 1/\tau$ , mais le coefficient de proportionnalité n'est plus le même; il est toujours plus petit:

$$\bar{P}(t) = \varepsilon_0 \chi_\infty \bar{E}(t) \quad (\text{III-9})$$

Pour les fréquences intermédiaires, la dépendance de la polarisation et du champ est moins simple. Elle est due à la superposition de la polarisation

induite (qui reste aux très hautes fréquences) et la polarisation d'orientation. Elle s'écrit sous la forme:

$$\vec{P}(t) = \epsilon_0 \chi(t) \otimes \vec{E}(t) \quad (\text{III-10})$$

$\chi(t)$ : susceptibilité généralisée.

### III-2.2. Modèles de relaxation diélectrique:

#### III-2.2.1. Modèle de DEBYE:

La relaxation type *Debye* ne considère que le cas simple où toutes les entités sont identiques ( $\tau$  identique pour tous les dipôles) et sans interactions électriques entre elles. La susceptibilité a alors une forme exponentielle:

$$\chi(t) \propto e^{-(t/\tau)}$$

$\epsilon'$  et  $\epsilon''$  auront les expressions suivantes [28], [30] et [31]:

$$\epsilon'(\omega) = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 - (\omega \tau)^2} \quad (\text{III-11})$$

$$\epsilon''(\omega) = (\epsilon_s - \epsilon_\infty) \frac{\omega \tau}{1 + (\omega \tau)^2} \quad (\text{III-12})$$

où  $\omega$  est la pulsation de la fréquence.

Pour un mécanisme de relaxation unique, l'allure des courbes obtenues est représentée sur la figure (III-3). La courbe des variations de  $\epsilon'$  est appelée courbe de dispersion, celle de  $\epsilon''$  courbes d'absorption. Au maximum de cette dernière, on a la relation  $\omega \tau = 1$ . Dans ce cas l'abscisse maximale, obéit à la relation:

$$\omega \tau = \sqrt{\frac{\epsilon_s}{\epsilon_\infty}} \quad (\text{III-13})$$

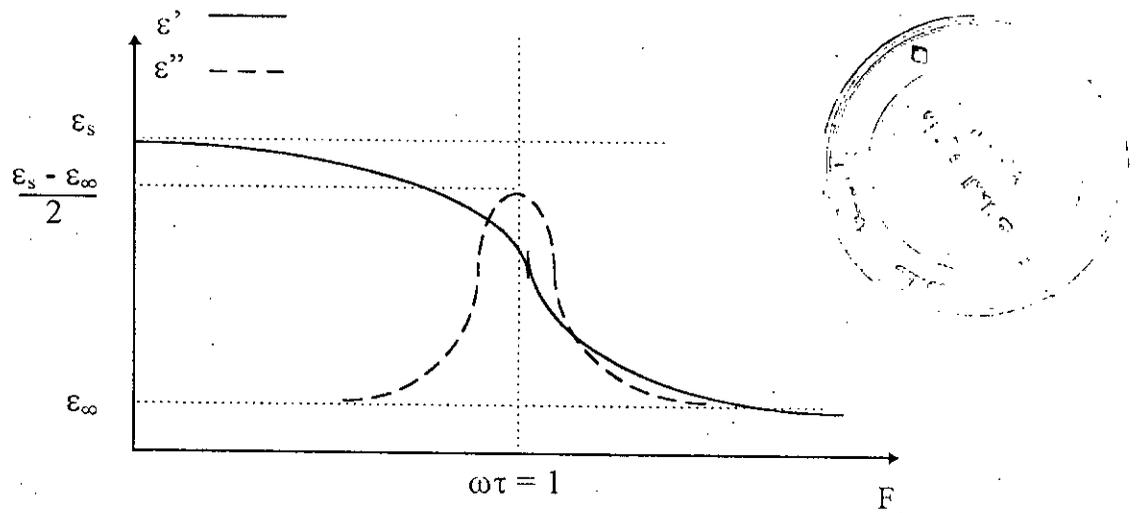


Fig. (III-3): Variation de  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence pour une relaxation de type *Debye*.

En portant  $\epsilon''$  en fonction de  $\epsilon'$ , on obtient la représentation de *Cole-Cole*. Dans le cas d'une relaxation unique de type *Debye*, la courbe obtenue est un demi cercle centré sur l'axe des  $\epsilon'$ ; l'abscisse du centre est  $(\epsilon_s + \epsilon_\infty)/2$  et le rayon est  $(\epsilon_s - \epsilon_\infty)/2$ , comme c'est indiqué sur la figure (III-4):

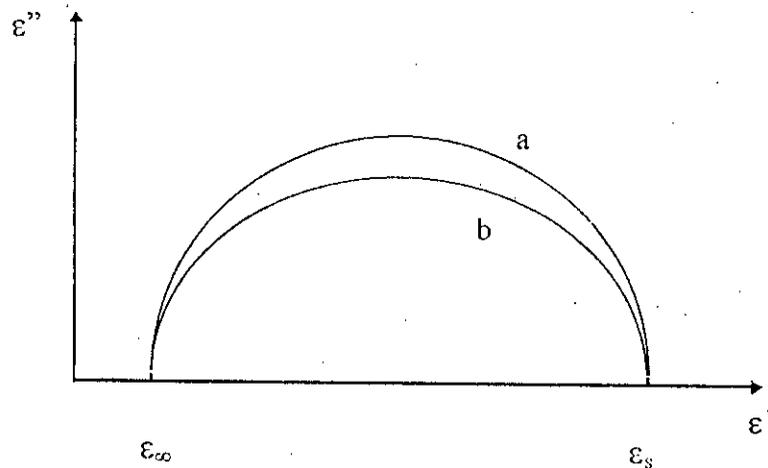


Fig. (III-4): Dispersion de type (a) *Debye*, (b) *Cole-Cole*.

### II-2.2.2. Modèle de Kolrausch-Williams-Watts (KWW):

*Kolrausch-Williams-Watts* (KWW) ont proposé une fonction de susceptibilité ayant la forme d'une exponentielle étirée:  $\chi(t) \propto e^{-(t/\tau)^\beta}$ ,  $\tau$  et  $\beta$  sont des paramètres qui définissent la relaxation, avec  $0 < \beta < 1$ .

la permittivité complexe sera donnée par:

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \Delta\varepsilon \left[ 1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha} \right]^{-\gamma} \quad (\text{III-14})$$

avec:  $\Delta\varepsilon = \varepsilon_s - \varepsilon_\infty$  et  $\gamma$  est un paramètre de relaxation compris entre 0 et 1, et qui dépend de la température.

Les expressions de la dispersion  $\varepsilon'(\omega)$ , et de l'absorption  $\varepsilon''(\omega)$  se déduisent de (III-14):

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_\infty + q^{-\gamma/2} (\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty) \cos(\gamma \theta) \quad (\text{III-15})$$

$$\varepsilon''(\omega) = q^{-\gamma/2} (\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty) \sin(\gamma \theta) \quad (\text{III-16})$$

avec:

$$q = \left\{ 1 + (\omega\tau)^{(1-\alpha)} \sin\left(\alpha \frac{\pi}{2}\right) \right\}^2 + \left\{ (\omega\tau)^{(1-\alpha)} \cos\left(\alpha \frac{\pi}{2}\right) \right\}^2$$

et

$$\theta = \text{Arc tan} \left\{ \frac{(\omega\tau)^{(1-\alpha)} \cos\left(\alpha \frac{\pi}{2}\right)}{1 + (\omega\tau)^{(1-\alpha)} \sin\left(\alpha \frac{\pi}{2}\right)} \right\}$$

Ce modèle proposé, représente une loi générale à partir de laquelle on retrouve les modèles de *Debye*, de *Cole-Cole* et de *Davidson-Cole*. En effet,

- Si  $\alpha = 0$  et  $\gamma = 1$ , on retrouve le modèle de *Debye* (Fig: (III-4.a)).
- Si  $\gamma = 1$  et  $0 < \alpha < 1$ , on retrouve le modèle de *Cole-Cole* (figure: (III-4.b)).

- Si  $\alpha = 0$  et  $0 < \gamma < 1$ , on retrouve le modèle de *Davidson-Cole* (figure: (III-5))

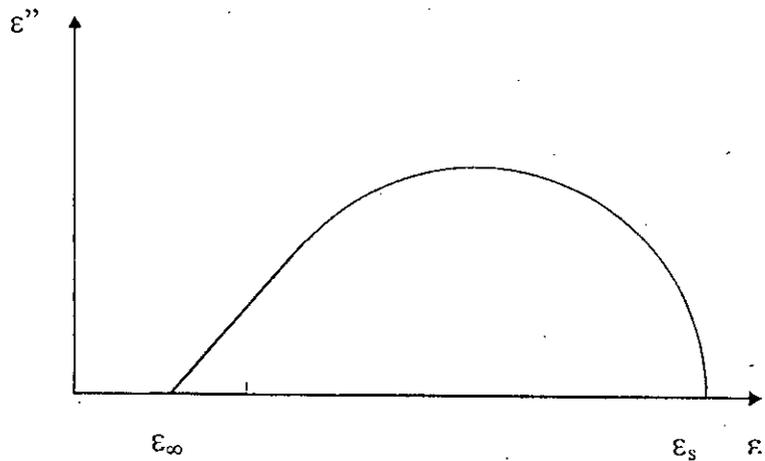


Fig. (III-5): Dispersion de type *Davidson-Cole*,  $\alpha$  et  $\gamma$  quelconques.

### III-3. Ferroélectricité:

#### III-3. 1 Définition:

La ferroélectricité [33] englobe un large éventail d'effets diélectriques dans les matériaux dits ferroélectriques caractérisés en ce qu'ils présentent des dépendances anormalement élevées de leurs propriétés électriques, mécaniques, thermiques et optiques avec le champ électrique et les contraintes mécaniques et thermiques appliquées.

Contrairement aux diélectriques pour lesquels la polarisation  $P$  est une fonction linéaire du champ appliqué  $E$ , les matériaux ferroélectriques présentent une polarisation spontanée  $P_s$  qui subsiste en l'absence de champ appliqué, et peut être inversée sous l'action d'un champ d'amplitude supérieure à celle d'un champ dit coercitif  $E_c$ . Le terme ferroélectricité résulte d'une analogie entre le comportement électrique de tels diélectriques et le comportement magnétique des composés ferromagnétiques. Au dessus d'une température dite température de *Curie*, les matériaux transitent de l'état ferroélectrique à l'état paraélectrique.

Les dipôles électriques d'un matériau ferroélectrique tendent à s'orienter selon un des deux sens d'une direction parallèle à l'axe polaire; le groupe spatial est non centrosymétrique. La ferroélectricité est en particulier interatomique dans les liaisons ioniques entre atomes, elle est très sensible aux substitutions d'atomes dans la structure.

### III-3.2. Structure perovskite:

Cette structure [29], [31] et [34] est commune à un très grand nombre de composés de formule générale  $ABC_3$ .  $BaTiO_3$  et  $SrTiO_3$  appartiennent à une famille qui inclut des matériaux tels que  $LaFeO_3$ ,  $BiAlO_3$ ,  $PbZrO_3$ ,  $CaTiO_3$ ,  $PbTiO_3$ , etc... La maille élémentaire idéalisée est cubique dans la phase paraélectrique [35]. Les ions  $Ba^{2+}$  ( $Sr^{2+}$ ) occupent les sommets du cube et l'ion  $Ti^{4+}$ , le centre, les oxygènes occupent les centres des faces. L'ion  $Ba^{2+}$  ( $Sr^{2+}$ ) y est entouré de douze oxygènes tandis que l'atome de titane est lié à six oxygènes. Sa coordinence est octaédrique de même que l'oxygène qui est lié à quatre cations  $Ba^{2+}$  ( $Sr^{2+}$ ) et deux cations  $Ti^{4+}$  Figure (III-6).

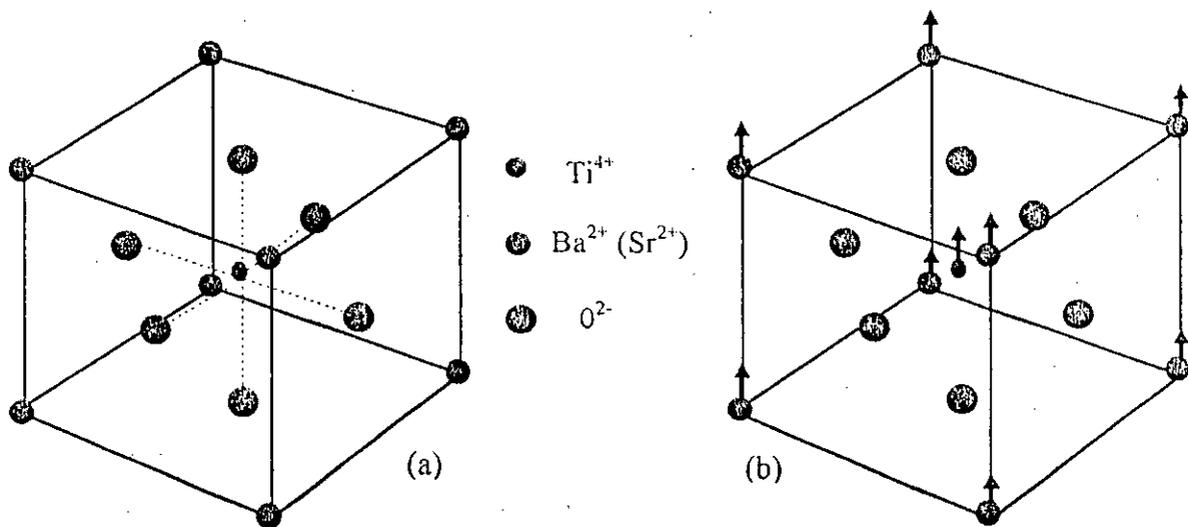


Fig. (III-6): (a) Structure perovskite idéale, (b) Pour  $T < T_c$ , la structure est légèrement déformée, les ions  $Ba^{2+}$  ( $Sr^{2+}$ ) et  $Ti^{4+}$  se déplacent par rapport aux ions  $O^{2-}$ .

### III-3.3. Classification des cristaux ferroélectriques:

Les cristaux ferroélectriques peuvent être classés en deux groupes principaux, ordre-désordre des ions et à déplacement [29], suivant que la transition est associée à la mise en ordre des ions ou au déplacement de la sous-structure complète des ions d'un type par rapport à une autre sous-structure.

- Les ferroélectriques ordre-désordre (ordre de la transition à la température de *Curie*) comprennent des cristaux à liaison hydrogène pour lesquels le mouvement des protons est relié aux propriétés ferroélectriques. La transition du premier ordre se fait avec hystérésis thermique de  $\epsilon$  et  $P_r$  au voisinage de  $T_c$  alors que la transition du second ordre se fait sans cycle d'hystérésis.

- L'autre classe des ferroélectriques comprend les structures cristallines ioniques proches de la perovskite.

Il a été démontré dernièrement [31], [33], que les transitions que l'on croyait displacives, étaient en fait des transitions ordre-désordre c'est à dire que le paramètre d'ordre est la polarisation et non la position atomique.

Un second type de classification, de type structural, et plus utile en pratique, consiste à répartir les ferroélectriques selon la dimension de l'espace occupé par le vecteur polarisation lors de son basculement d'un état stable à un autre. On trouve alors:

- Les ferroélectriques à une dimension: où les ions déplacés lors du basculement décrivent des segments de droites parallèles à l'axe polaire. Les perovskites appartiennent à ce groupe, la figure (III-6) illustre ce genre de classe.

- Les ferroélectriques à deux dimensions: où les ions déplacés parcourent des lieux situés dans des plans parallèles à la direction de la polarisation.

- Les ferroélectriques à trois dimensions: dans ce cas, le basculement de la polarisation entraîne des mouvements ioniques dans une direction qui n'est ni parallèle à l'axe polaire ni comprise dans un plan parallèle à l'axe polaire.

Le tableau suivant donne les caractéristiques utiles de  $\text{BaTiO}_3$  et  $\text{SrTiO}_3$  à la température ambiante et à une fréquence de 1 KHz [33].

Composé	$T_c$ (°C)	$P_r$ (C.m <sup>-2</sup> )	$\epsilon$
BaTiO <sub>3</sub>	130	0,26	160 (// $P_r$ ) 2000 ( $\perp P_r$ )
SrTiO <sub>3</sub>	-163	-	400

Fig. (III-7): Caractéristiques de BaTiO<sub>3</sub> et SrTiO<sub>3</sub>.

### III-3.4. Relation entre la permittivité complexe et la température dans les ferroélectriques:

Dans un ferroélectrique, le processus de relaxation existe aussi bien dans le domaine ferroélectrique que dans le domaine paraélectrique au voisinage de la température de transition de phase  $T_c$ . Dans la phase paraélectrique, la dispersion diélectrique suit une loi de *Curie-Weiss*:

$$\epsilon_s(T) - \epsilon_\infty = \frac{C}{T - T_c} \quad (\text{III-17})$$

où  $C$  est la constante de *Curie-Weiss*.

Très souvent, on observe un comportement semblable dans la phase ferroélectrique, mais avec des constantes différentes:

$$\epsilon' = \frac{C'}{T'_c - T} \quad (\text{III-18})$$

avec  $T'_c \geq T$  (transition de premier ordre).

Si on considère l'expression de la permittivité diélectrique donnée par l'équation de *Debye*, l'évolution de la permittivité en fonction de la température se fait en explicitant le temps de relaxation qui a une forme exponentielle, en fonction de la température. Les relations obtenues montrent une divergence de  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  à la température de *Curie*.

# LOIS DE MELANGES

---

### IV-1. Introduction:

Dans le chapitre précédent, nous avons déterminé la permittivité complexe en supposant que le matériau (échantillon) est homogène, alors qu'on fait il ne l'est pas. Pour aller plus loin dans l'exploitation des mesures, il faudrait utiliser des relations telles que les lois de mélanges. Ceci est le but de ce chapitre.

Le problème posé par les lois de mélanges est le suivant: peut-on prévoir quelle sera la valeur  $X$  d'une certaine propriété caractéristique d'un mélange de deux constituants, connaissant les valeurs  $X_1$  et  $X_2$  pour chacun des constituants de cette même propriété, et les proportions du mélange ?

Si on appelle  $p$  et  $(1-p)$  les proportions relatives en volume des deux constituants, il s'agit de rechercher la fonction définie par:

$$X = f(X_1, X_2, p)$$

qui traduise les variations  $X$  du mélange en fonction des variables  $X_1$ ,  $X_2$  et  $p$ .

La valeur  $X$  peut représenter la conductivité électrique, la perméabilité magnétique ou surtout la permittivité diélectrique qui est l'objectif de notre recherche.

Avant d'aborder les principales lois de mélanges, on introduit quelques définitions les concernant.

#### IV-2. Matériau hétérogène:

Un mélange hétérogène [36] est un agrégat formé de grains d'un ou plusieurs constituants répartis dans un continuum. Il est caractérisé par sa compacité ou fraction volumique des grains  $p$  donnée par:

$$p = \frac{V_{\text{grains}}}{V_{\text{agrégat}}}$$

Un tel mélange dépend du point de vue de sa réponse diélectrique de plusieurs paramètres qui sont:

- La permittivité propre des constituants.
- Leur compacité.
- La forme des grains et leur orientation dans la charge.
- La répartition spatiale des inclusions.

En général, deux sortes possibles de mélanges seront distinguées [37]:

##### Mélanges du premier type:

Les deux constituants ont la même importance, en ce sens qu'ils sont tous deux formés de grains, intimement mélangés: mais alors on est amené à considérer la présence d'un troisième constituant qui sera le vide ou l'air.

##### Mélanges du deuxième type:

L'un des constituants forme un milieu homogène et continu dans lequel baignent les grains de l'autre.

Enfin il faut que le mélange (matériau hétérogène) soit une juxtaposition, c'est à dire qu'il n'y a pas de réactions physico-chimiques particulières entre les grains qui seront sur le plan macroscopique en très grandes quantités pour les deux espèces.

Une loi des mélanges généralisée ne peut donc être à priori élaborée pour traduire le comportement diélectrique de ces matériaux: des hypothèses simplificatrices sont

généralement faites pour aborder ce problème d'où l'existence de différentes théories et lois de mélanges dont on va exposer ici quelques unes.

### IV-3. Les principales lois de mélanges:

#### IV-3.1. Théorie de Reynold et Hough:

Bien qu'elle soit très difficile à mettre en applications, cette théorie reste cependant une bonne base de départ pour l'étude du comportement diélectrique des matériaux.

*Reynold et Hough* [13], [38] considèrent que l'agrégat de permittivité  $\epsilon_m$  (notamment appelée  $\epsilon^*$  pour un milieu effectif) est constitué de particules identiques de constante diélectrique  $\epsilon_2$  réparties dans un milieu continu de permittivité  $\epsilon_1$ .

En admettant l'additivité du déplacement et du champ électrique dans chaque constituant pondéré par leur fraction volumique, ils montrent que le champ moyen peut s'écrire:

$$p \bar{E}_2 (\epsilon_m - \epsilon_2) + (1-p) \bar{E}_1 (\epsilon_m - \epsilon_1) = 0 \quad (\text{IV-1})$$

En posant  $\frac{\bar{E}_1}{E} = f_1$  et  $\frac{\bar{E}_2}{E} = f_2$ , on obtient alors:

$$\epsilon_m = (1-p) f_1 \epsilon_1 + p f_2 \epsilon_2 \quad (\text{IV-2})$$

avec:

$$p f_2 + (1-p) f_1 = 1 \quad (\text{IV-3})$$

On est alors ramené au calcul du rapport des champs. Dans le cas où on assimile les grains à des ellipsoïdes on a:

$$f_2 = \sum_j^3 \frac{\cos^2 \alpha_j}{1 + A_j \left( \frac{\epsilon_2}{\epsilon^*} - 1 \right)} \quad (\text{IV-4})$$

où les  $\alpha_j$  représentent les angles des axes de l'ellipsoïde avec la direction du champ et  $A_j$  les facteurs de dépolarisation dans la direction des axes, avec:  $A_x + A_y + A_z = 1$ .

Pour un ellipsoïde de révolution autour de l'axe  $z$ :  $A_x = A_y = \delta$ , donc  $A_z = 1 - 2\delta$  où  $\delta$  caractérise le facteur de forme qui peut être considéré comme une fonction de l'ellipticité ( $e$ ) comme le montre la figure (IV-1).

Les cas généralement rencontrés conduisent à:

- Pour une sphère  $A_x = A_y = A_z = 1/3$ .
- Pour un cylindre  $A_x = A_y = 1/2$ ,  $A_z = 0$ .
- Pour un disque  $A_x = A_y = 0$ ,  $A_z = 1$ .

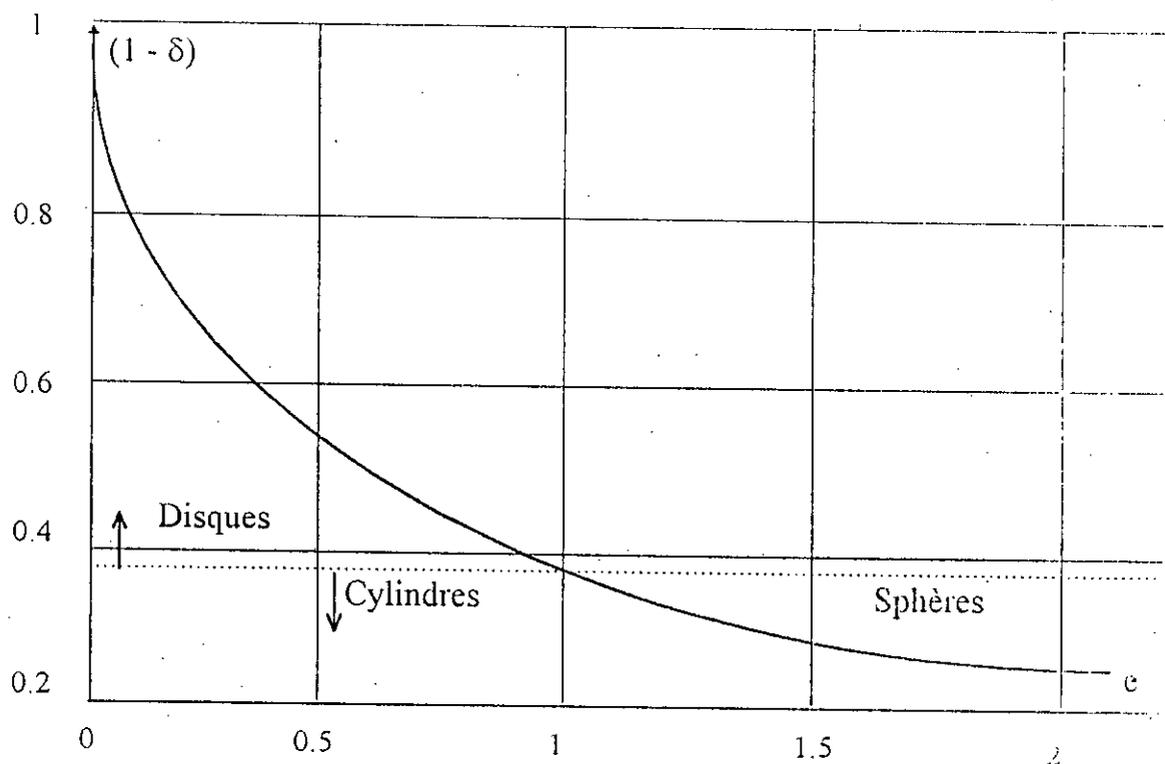


Fig. (IV-1) Variation du facteur de forme  $(1 - 2\delta)$  en fonction de l'ellipticité ( $e$ ).

Ainsi, pour un mélange de sphères très diluées, *Maxwell* et *Garnet* considèrent que  $\epsilon^* = \epsilon_1$  ce qui conduit à:

$$f_2 = \frac{3 \epsilon_1}{2 \epsilon_1 + \epsilon_2}$$

d'où:

$$\frac{\varepsilon_m - \varepsilon_1}{\varepsilon_m + 2\varepsilon_1} = p \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}{\varepsilon_2 + 2\varepsilon_1} \quad (\text{IV-5})$$

Si on pose  $\varepsilon_1 = 1$  on obtient la formule de *Rayleigh* donnée par:

$$\frac{\varepsilon_m - 1}{\varepsilon_m + 2} = p \frac{\varepsilon_2 - 1}{\varepsilon_2 + 2} \quad (\text{IV-6})$$

On remarque qu'il n'y a pas de matrice matérielle, comme si les particules étaient suspendues dans le vide.

Pour étendre ces lois à des grains de forme quelconques, *Wiener* a introduit un nombre de forme  $u$  et donna la formule suivante:

$$\frac{\varepsilon_m - \varepsilon_1}{\varepsilon_m + u} = p \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}{\varepsilon_2 + u} \quad (\text{IV-7})$$

Des résultats expérimentaux [38] ont montré que  $u$  dépendait de la compacité  $p$ .

### IV-3.2. Loi logarithmique des mélanges (Loi de *Lichtenecker*):

Elle porte souvent le nom de *Lichtenecker* qui l'a initialement proposée en 1924 du point de vue expérimental, et l'a justifié théoriquement en 1931. Cette loi peut s'appliquer à des mélanges homogènes et contrairement aux théories citées précédemment, elle ne fait pas intervenir la géométrie des grains.

Cette loi sous sa forme générale est donnée par:

$$\log X = (1 - p) \log X_1 + p \log X_2 \quad (\text{IV-8})$$

Elle énonce un principe assez général en physique [37] qui dit que l'accroissement relatif d'une propriété  $X$  d'un mélange est proportionnel à l'accroissement d'une proportion d'un des constituants.

$$\frac{dX}{X} = k dp \quad \left( = k \frac{dp}{p + (1-p)} \right)$$

*Quivy* donna la démonstration de cette loi à partir de la théorie de *Reynold* et *Hough*, il considère les grains comme des ellipsoïdes quelconques dont le rapport des

axes  $A_j$  peut prendre toutes les valeurs possibles de 0 à 1. Il suppose de plus, pour calculer les valeurs des champs  $f_1$  et  $f_2$  que  $\varepsilon^* = \varepsilon_m$ : comme si les grains de chaque constituant étaient plongés dans un milieu de permittivité  $\varepsilon_m$ , permittivité du mélange. En moyennant  $f$  par rapport à  $\alpha_j$  et  $A_j$ ,  $\cos^2 \alpha_j$  (donné dans IV-4) sera donc remplacé par  $1/3$  d'où:

$$f_1 = 3 \cdot \frac{1}{3} \int_0^1 \frac{dA}{1 + A \left( \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_m} - 1 \right)}$$

Après intégration on obtient:

$$f_1 = \frac{\varepsilon_m}{\varepsilon_1 - \varepsilon_m} \text{Log} \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_m}$$

De la même manière, on obtient pour  $f_2$ :

$$f_2 = \frac{\varepsilon_m}{\varepsilon_2 - \varepsilon_m} \text{Log} \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_m}$$

En reportant  $f_1$  et  $f_2$  dans (IV-1) on aura:

$$p(\varepsilon_m - \varepsilon_2) \cdot \frac{\varepsilon_m}{\varepsilon_2 - \varepsilon_m} \text{Log} \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_m} + (1-p)(\varepsilon_m - \varepsilon_1) \cdot \frac{\varepsilon_m}{\varepsilon_1 - \varepsilon_m} \text{Log} \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_m} = 0$$

Soit finalement:

$$\text{Log} \varepsilon_m = p \text{Log} \varepsilon_2 + (1-p) \text{Log} \varepsilon_1 \quad (\text{IV-9})$$

La loi logarithmique présente quelques particularités intéressantes:

- Sa possibilité d'inversion: Si la propriété  $X$  suit la loi logarithmique, il en sera de même pour son inverse  $1/X$ .
- Toute propriété physique de la forme:  $a.X^b$  ou  $a.X^b.Y^c$  suivra la loi logarithmique si les propriétés physiques  $X$  et  $Y$  la suivent.

**IV-3.3. Loi de Böttcher:**

En partant du formalisme de *Genzel* et *Martin* [13] appliqué à des grains sphériques de constante diélectrique  $\epsilon_i$  placées dans un milieu de permittivité  $\epsilon^*$ , donné par:

$$f_i = \frac{3 \cdot \epsilon^*}{\epsilon_i + 2 \cdot \epsilon^*} \quad (\text{IV-10})$$

qui est en effet, identique à la théorie énoncée par *Raynold* et *Hough*; *Böttcher* calcula  $f_2$  qui sera donnée par:

$$f_2 = \frac{3 \cdot \epsilon^*}{\epsilon_2 + 2 \cdot \epsilon^*} \quad (\text{IV-11})$$

En posant  $\epsilon^* = \epsilon_m$  et en reportant l'équation (IV-10) dans (IV-2) avec l'utilisation de (IV-3), on obtient:

$$\frac{\epsilon_m - \epsilon_1}{3 \cdot \epsilon_m} = p \frac{\epsilon_2 - \epsilon_1}{2 \cdot \epsilon_m + \epsilon_2} \quad (\text{IV-12})$$

**IV-3.4. Loi de Bruggeman:**

*Bruggeman* [13] suppose que le matériau est constitué de deux sphères de permittivités  $\epsilon_1$  et  $\epsilon_2$ . En calculant  $f_1$  et  $f_2$  à partir de l'équation (IV-9) et en les reportant dans (IV-2) et (IV-3), on aura:

$$(1-p) \frac{3 \cdot \epsilon_1}{\epsilon_1 + 2 \cdot \epsilon_m} + p \frac{3 \cdot \epsilon_2}{\epsilon_2 + 2 \cdot \epsilon_m} = 1$$

$$(1-p) \frac{3 \cdot \epsilon_m}{\epsilon_1 + 2 \cdot \epsilon_m} + p \frac{3 \cdot \epsilon_m}{\epsilon_2 + 2 \cdot \epsilon_m} = 1$$

A partir de ces équations on aboutit à :

$$(1-p) \frac{\epsilon_m - \epsilon_1}{\epsilon_1 + 2 \cdot \epsilon_m} + p \frac{\epsilon_m - \epsilon_2}{\epsilon_2 + 2 \cdot \epsilon_m} = 0 \quad (\text{IV-13})$$

qui pourrait aussi s'écrire sous la forme suivante:

$$(\varepsilon_1 - \varepsilon_m)(\varepsilon_2 + 2 \cdot \varepsilon_m) = 3 \cdot p \cdot \varepsilon_m \cdot (\varepsilon_1 - \varepsilon_2) \quad (\text{IV-14})$$

#### IV-3.5. Loi de Bruggeman Hanai:

En suivant une autre démarche [13], Bruggeman propose une autre loi. Il considère un milieu hétérogène de constante diélectrique  $\varepsilon_m$  constitué de particules sphériques de constante diélectrique  $\varepsilon_2$  dispersées dans une matrice hôte de constante diélectrique  $\varepsilon_1$ .

Sachant que la compacité des particules est donnée par:

$$p = \frac{V_2}{V_1 + V_2}$$

où  $V_1$  et  $V_2$  représentent respectivement, le volume de la matrice et des grains.

En ajoutant quelques particules occupant le volume  $dp$  dans le milieu hétérogène, la fraction de cet ajout par rapport au milieu de départ vaut alors:

$$p' = \frac{dV_2}{(V_1 + V_2) + dV_2}$$

La compacité totale de la phase dispersée vaudrait alors:

$$p(V_2 + dV_2) = \frac{V_2 + dV_2}{V_1 + (V_2 + dV_2)}$$

Ce qui permet d'écrire:

$$dp = p(V_2 + dV_2) - p(V_2) = \frac{V_2 + dV_2}{V_1 + (V_2 + dV_2)} - \frac{V_2}{V_1 + V_2}$$

Soit après calcul:

$$dp = \frac{V_1}{V_1 + V_2} \cdot \frac{dV_2}{V_1 + V_2 + dV_2} = (1 - p) \cdot p'$$

d'où:

$$p' = \frac{dp}{1 - p}$$

En rajoutant quelques particules, la constante diélectrique  $\epsilon_m$  va augmenter d'une valeur  $d\epsilon_m$ .

Ce qui permet d'écrire:  $\epsilon_m \rightarrow \epsilon_m + d\epsilon_m$ .

Bruggeman suppose alors que les particules ajoutées interagissent avec le milieu de constante diélectrique  $\epsilon_m$ .

En reportant cette hypothèse dans l'équation (IV-5) avec les changements suivants:

$$\epsilon_1 \rightarrow \epsilon_m \quad \text{et} \quad p \rightarrow p' = \frac{dp}{1-p}$$

on aboutit à l'expression:

$$\frac{2 \cdot \epsilon_m + \epsilon_2}{\epsilon_2 - \epsilon_m} \cdot \frac{d\epsilon_m}{3 \cdot \epsilon_m + d\epsilon_m} = p'$$

En négligeant  $d\epsilon_m$  devant  $3 \epsilon_m$  dans le dénominateur, il vient:

$$\frac{2 \cdot \epsilon_m + \epsilon_2}{3 \cdot \epsilon_m \cdot (\epsilon_m - \epsilon_2)} d\epsilon_m = - \frac{dp}{1-p}$$

Par une succession de ce processus additionnel infinitésimal, le système atteint la concentration finale  $p$  et la constante diélectrique  $\epsilon$ . Ainsi:

$$\int_{\epsilon_1}^{\epsilon} \frac{2 \cdot \epsilon_m + \epsilon_2}{3 \cdot \epsilon_m \cdot (\epsilon_m - \epsilon_2)} d\epsilon_m = - \int_0^f \frac{df}{1-f} = \text{Log}(1-f)$$

Finalement, on obtient l'expression connue:

$$p = 1 - \frac{\epsilon_2 - \epsilon_m}{\epsilon_2 - \epsilon_1} \left( \frac{\epsilon_1}{\epsilon_m} \right)^{1/3} \quad (\text{IV-15})$$

Plus tard, *Hanai* a obtenu cette expression à partir de l'équation de *Wagner* en l'étendant aux constantes diélectriques complexes.

#### IV-3.6. Loi de Looyenga:

*Looyenga* démarre des constatations de *Van Beek* [39], qui remarquait que les formules de *Bruggeman* et *Böttcher*, données par les équations (IV-14) et (IV-12)

respectivement, donnent approximativement les mêmes résultats malgré leurs origines et leurs formes différentes.

*Looyenga* considère alors une sphère de rayon  $a$  contenant un mélange de constante diélectrique  $(\epsilon_m - \Delta\epsilon)$  et de fraction volumique  $(1 - p)$ , où à son centre, sont ajoutées des petites particules occupant une sphère de rayon  $b$  de constante diélectrique  $(\epsilon_m + \Delta\epsilon)$  et de fraction volumique  $p$ . La constante diélectrique du mélange obtenu est alors  $\epsilon_m$ .

En utilisant les séries de Taylor pour le calcul de la compacité  $p$  et en se servant de l'équation de *Böttcher*, il aboutit à la formule suivante:

$$p = \frac{\epsilon_m^{1/3} - \epsilon_1^{1/3}}{\epsilon_2^{1/3} - \epsilon_1^{1/3}} \quad (\text{IV-16})$$

qui peut s'écrire aussi sous la forme suivante:

$$\epsilon_m^{1/3} = (1 - p) \cdot \epsilon_1^{1/3} + p \cdot \epsilon_2^{1/3} \quad (\text{IV-17})$$

Dans ses calculs *Looyenga* n'a pas introduit la forme des particules, d'où l'application de cette loi à toutes sortes de mélanges homogènes.

#### IV-3.7. Loi de Birchack:

*Birchack* propose d'égaliser la constante de propagation du mélange à la somme pondérée des constantes de propagation des matériaux constituant le composite. Il obtient:

$$\sqrt{\epsilon_m} = (1 - p) \cdot \sqrt{\epsilon_1} + p \cdot \sqrt{\epsilon_2} \quad (\text{IV-18})$$

Cette relation s'apparente à celle de *Looyenga* mais en fait, elle est basée sur d'autres hypothèses [13].

#### IV-3.8. Loi de Bottreau:

Se basant sur un grand nombre de résultats expérimentaux [28], [40] et utilisant la loi de *Lichtenecker* comme point de départ, *Bottreau* a tracé les variations de  $\ln(\epsilon_m)$

en fonction de  $\text{Ln}(V_2)$  puis en fonction de  $\text{Ln}(V_1)$ . Les courbes obtenues font apparaître des comportements différents suivant les abscisses utilisées, ce qui justifie que l'utilisation des lois en puissance restent employées pour traduire les phénomènes de percolation, elles présentent néanmoins l'inconvénient de posséder des exposants différents de part et d'autre de la percolation, avec des problèmes de raccordement à ce niveau, alors que la matière possède une structure qui évolue d'une manière continue même en ce point. Pour résoudre ce problème, il a proposé des variations qui pourraient s'apparenter à des branches de tangentes hyperboliques: la première de la forme  $\text{Ln}(\epsilon_m) \sim \text{th}[\text{Ln}(V_2/V_i)]$  et la seconde par une fonction similaire mais dépendante d'une variable différente:  $\text{Ln}(\epsilon_m) \sim \text{th}[\text{Ln}(1-V_1)/V_i]$ , où  $V_i$  représente le point d'inflexion. Pour homogénéiser l'échelle des abscisses, autrement dit déterminer une abscisse commune aux deux représentations il chercha une nouvelle variable commune donnée par:

$$\text{Ln}(V_N) = \text{Ln} \sqrt{\frac{V_2(1-V_i)}{V_1 V_i}} \quad (\text{IV-19})$$

Les variations de  $\text{Ln}(\epsilon_m)$  sont ensuite normalisées entre -1 et +1 avec comme origine des ordonnées:  $\text{Ln}(\epsilon_i)$ . La nouvelle courbe sera symétrique par rapport à ce point qui se traduit par  $\epsilon_i = (\epsilon_1, \epsilon_2)^{1/2}$ . Pour ajuster la pente de la tangente à l'origine par rapport aux résultats expérimentaux, un paramètre  $\alpha$  est introduit en exposant de la variable qui traduit la dynamique de la variation du logarithme de la permittivité normalisée au point d'inflexion. Après développement il arrive à l'équation suivante:

$$\left[ \left( \frac{V_2}{V_i} \right)^\alpha + \left( \frac{V_1}{1-V_i} \right)^\alpha \right] \text{Ln}(\epsilon_m) = \left( \frac{V_2}{V_i} \right)^\alpha \text{Ln}(\epsilon_2) + \left( \frac{V_1}{1-V_i} \right)^\alpha \text{Ln}(\epsilon_1) \quad (\text{IV-20})$$

qui a la forme de:

$$\text{Log } \epsilon_m = p_1 \text{Log } \epsilon_1 + p_2 \text{Log } \epsilon_2$$

où  $p_1 + p_2 = 1$  et  $V_1 + V_2 = 1$ .

L'équation (IV-20) s'applique aussi bien pour  $\epsilon'$  que pour  $\epsilon''$ .

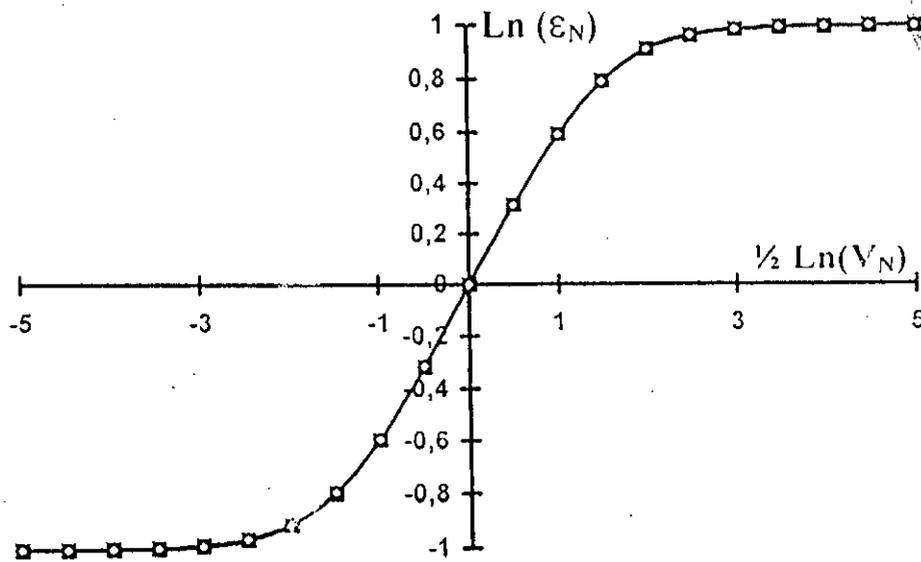


Fig. (IV-2): Forme de la courbe obtenue par la loi de *Bottreau*.

On remarque que l'écriture habituelle de la loi de *Lichtenecker* où on fait  $p_1 = V_1$  et  $p_2 = V_2$  ne correspond en fait qu'à un cas particulier qui traduit néanmoins d'une façon satisfaisante le comportement de matériaux dont le contraste diélectrique entre les constituants reste faible.

Pour valider sa loi de modélisation [41], *Bottreau* a fait une corrélation avec les lois de mélanges les plus usuelles à savoir la loi de *Wiener*, de *Birchak*, de *Looyenga*, de *Hanai* et de *Böttcher*. Les figures (IV-3) et (IV-4) donnent d'une part les variations pour les permittivités calculées à partir des différentes lois citées et les réponses à la loi des corps mixtes en prenant  $\alpha = \alpha_0 = C^{10}$  et d'autre part, les écarts relatifs entre ces deux représentations et ceci pour  $\epsilon'_1 = 4$  et  $\epsilon'_2 = 900$ .

On rappelle que l'équation des variations des différences relatives est donnée par:

$$D(\epsilon_2, \epsilon_1) = \frac{\text{Ln}(\epsilon_N) - \text{th}\left(\frac{1}{2} \alpha \text{Ln}(V_N)\right)}{\text{Ln}(\epsilon_N)} \quad (\text{IV-21})$$

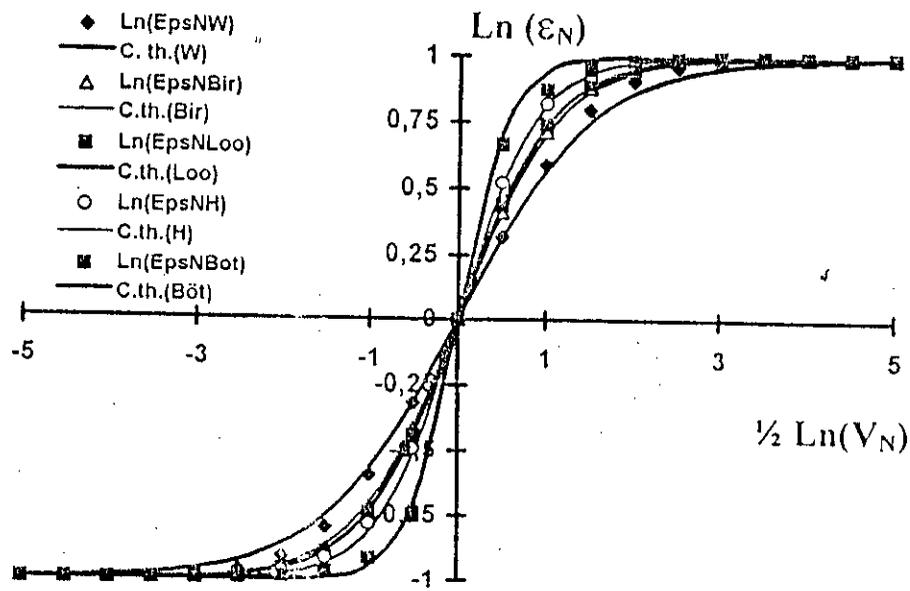


Fig. (IV-3): Comparaison entre permittivités obéissant aux différentes lois et courbes répondant à la loi des corps mixtes pour  $\alpha = \alpha_0$ .

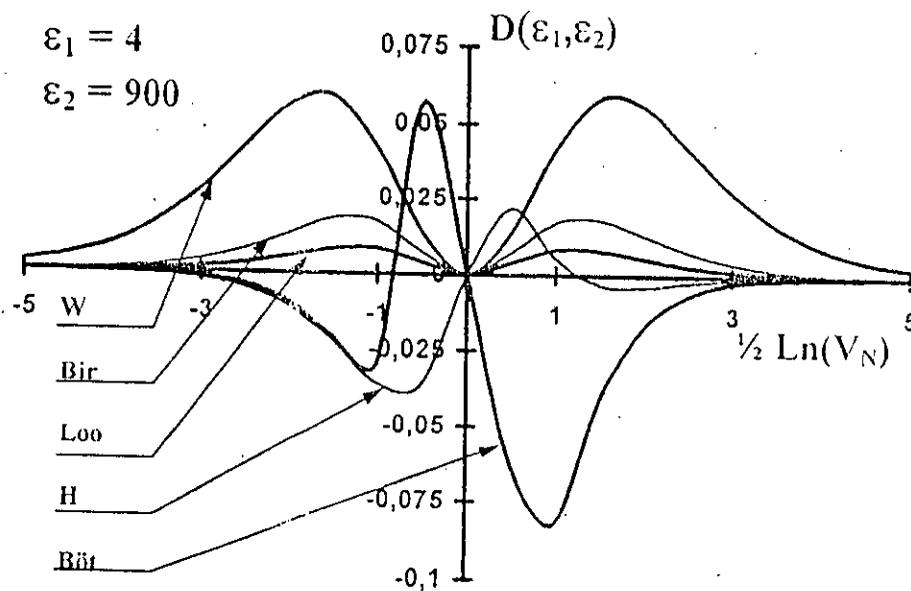


Fig. (IV-3): Ecarts relatifs entre permittivités calculées à partir des expressions de base et la loi des corps mixtes pour  $\alpha = \alpha_0$ .

D'après les résultats obtenus, on peut dire que cette loi de modélisation est une loi générale qui permet de rendre compte du comportement électromagnétique des matériaux binaires avec un nombre de mesures limité à la fraction volumique de la charge telle que  $V_2 = V_1$  cas très important pour les milieux à fort contraste diélectrique. Elle permet également d'obtenir la permittivité de la charge souvent inaccessible à la mesure qui est donnée par:

$$\varepsilon_2 = \frac{\varepsilon_i^2}{\varepsilon_1} \quad (\text{IV-22})$$

# Troisième Partie



# COMPOSITION DES MATERIAUX

---

### V-1. Introduction:

Pour mieux comprendre le comportement des nouveaux matériaux que nous avons élaborés, nous avons trouvé qu'il est nécessaire de donner quelques informations sur leur constituants qui sont la résine polyester et les céramiques ( $\text{BaTiO}_3$  et  $\text{SrTiO}_3$ ).

### V-2. Résine Polyester:

De nos jours, les résines sont de plus en plus utilisées pour la fabrication des matériaux composites. Elles servent en général, de liants aux renforcements organiques, minéraux ou métalliques qui trouvent leurs applications dans presque tous les domaines.

C'est *Friedburo*, vers 1904, qui semble avoir préparé les premiers glyptals (compression des mots glycérol et phtalique), résultant de l'action d'un polyalcool sur un polyacide.

Vers 1930-1933, les Américains développèrent les résines dites alkydes (compression des mots alcool et acide), en introduisant les acides gras dans la molécule pour lui donner souplesse et solubilité.

Récemment on a copolymérisé les Polyesters avec les dérivées polymérisables eux-mêmes, comme les vinyliques, pour préparer des résines dites basse pression polymérisables à basse température.

Les nouvelles résines allyliques, de vrais polymères, ont ouverts un nouveau champ d'application aux polyesters [42].

### V-2.1. Définition de la résine:

Les résines dites macromolécules synthétiques thermodurcissables [43], sont des enchaînements de molécules organiques élémentaires (appelées monomères) pour constituer un réseau tridimensionnel rigide (appelé polymère).

Sous l'action de la chaleur ou d'un catalyseur, des liaisons fortes de covalence se développent entre toutes les chaînes du prépolymère (initialement sous forme de liquide en suspension dans un solvant) qui devient finalement un polymère réticulé à trois dimensions. La structure est désordonnée et amorphe, mais résistante, dure et infusible.

### V-2.2. Formation des résines: [42] - [44]

Les principales résines utilisées sont obtenues par deux sortes de réactions:

#### a)- La polyaddition:

A partir de deux monomères de base, on peut avoir après amorçage, la réaction d'addition sans perte de molécule. Le polymère obtenu est linéaire ou tridimensionnel suivant la fonctionnalité des monomères de base. L'exemple type de ce genre de réaction est celui de la formation de la résine époxy.

#### b)- La polycondensation:

A partir de deux monomères de base, il y a condensation avec perte d'un résidu, très généralement de l'eau (parfois de l'ammoniaque ou des hydracides (HCl)).

Le polycondensat se présente alors sous forme d'un réseau linéaire ou tridimensionnel, dans lequel le motif est répété quelques centaines de fois. La macromolécule obtenue est relativement réduite.



Au cours de la gélification, les molécules de styrène se pontent entre elles. la résine devient de plus en plus visqueuse. La réaction est exothermique et s'accompagne d'un retrait.

#### V-2.4. Propriétés des Polyesters UP:

Sur le marché, les résines Polyesters se vendent sous des noms commerciaux à savoir: Atlac, Bakélite BRS, Dilecto, Eskal, Fiberglas, Glastic, Laminac, résine Marco, Paraplex, Plaskon, etc...

Selon leur module d'élasticité, les résines sont classées en trois catégories: souples, semi-rigides et rigides.

Pratiquement, on reconnaît aux résines dures: une bonne résistance à la chaleur, à l'abrasion, aux agents atmosphériques, et de remarquables propriétés diélectriques.

La résistance aux acides non oxydants est bonne à froid, même à forte concentration, elle est moins bonne pour les acides oxydants. La résistance aux bases est mauvaise pour les fortes et moyennes concentrations. La résistance aux essences, hydrocarbures aromatiques est bonne, mais mauvaise au chloroforme et aux cétones.

Le tableau suivant [42] résume les caractéristiques de quelques résines.

	Résine Marco	Polyméthacrylate de méthyle	Résine Plaskon
Densité à 25°C	1.21	1.19	2
Indice de réfraction à 25°C	1.50	1.49	2
Résistance à déchirure (hbar)	3.5 - 4	3.5 - 7	42.7
Résistance à flexion (hbar)	10 - 11	9 - 12	9.8 - 12
Résistance à compression (hbar)	15	7 - 10	14 - 17
Coefficient de dilatation linéaire ( $\cdot 10^5/^\circ\text{C}$ )	8.7	8	
Température maximum d'emploi ( $^\circ\text{C}$ )	80 - 95	80	150
Coefficient de transmission lumineuse	90	90	
Absorption d'eau (%)	0.2 - 0.4	0.3	
Retrait (%)	6 - 10		6 - 7

Tab. (V-1): Comparaison des résines transparentes coulées.

Grâce à leurs propriétés, les Polyesters se pigmentent, se chargent, se colorent sans difficulté. Ce sont les matériaux recommandés de remplissage et de coulée dans l'industrie électrique et électronique.

### V-3. Céramique:

Le terme générique céramique, qui vient du mot grec *keramos* signifiant potier ou poterie, recouvre en fait des domaines aussi variés que celui des céramiques traditionnelles (réfractaires, sanitaires, tuiles et briques, etc...) ou des domaines nouveaux et stratégiques [45], [46] tels que les céramiques dites nucléaires, les céramiques à applications thermomécaniques ou les céramiques à applications électroniques.

#### V-3.1. Définition d'une céramique:

Une céramique est un matériau inorganique polycristallin, présentant une microstructure complexe de grains et de joints de grains. Cette structure est définie lors du cycle d'élaboration, qui transforme des matières premières le plus souvent pulvérulentes en un matériau dense, idéalement exempt de pores, et dont les propriétés tiennent de celles de ses grains, mais aussi de son hétérogénéité.

#### V-3.2. Classification des céramiques:

Dans la littérature on trouve deux classifications différentes des céramiques diélectriques.

la première [47] divise les céramiques en deux classes suivant la valeur de leur permittivité, on a alors:

- Les diélectriques de la classe I (dit HQ): ils ont une constante diélectrique jusqu'à 500. Cette classe inclut le bioxyde de titane, le titanate de magnésium, le titanate de calcium, et le titanate de strontium.
- Les diélectriques de la classe II (dit HK): ils ont une constante diélectrique de 500 à 10.000. Cette classe inclut les ferroélectriques dont le titanate de baryum est le plus important.

La deuxième classification [35] se base sur les propriétés des céramiques. On trouve alors quatre classes:

- Les matériaux dont la constante diélectrique est inférieure à 12: ils sont les plus utilisés dans l'économie américaine.
- Les matériaux dont la constante diélectrique est supérieure à 12: ce sont les matériaux de la classe HQ dans la classification précédente.
- Les matériaux ayant des propriétés ferroélectriques et piézoélectriques: qui correspondent à la classe HK de la classification précédente.
- Les matériaux ayant des propriétés ferromagnétiques: cette classe inclut les ferrites.

### V-3.3. Fabrication d'une céramique:

Pour mieux comprendre le processus de fabrication de nos céramiques ( $\text{BaTiO}_3$  et  $\text{SrTiO}_3$ ), on présente ici les étapes suivies, qui sont généralement utilisées pour toutes les céramiques à haute permittivité [34], [45]:

Pesée → Mélange → Chamottage → Broyage → Moulage → Brûlage du liant → Frittage.

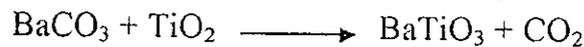
- Le mélange: après pesée, les constituants sont intimement mélangés, à sec ou en milieu humide.
- Le chamottage: le but de cette opération est multiple. Elle permet de décomposer les hydroxydes, carbonates, nitrates, etc... Sans ce chamottage, les gaz de décomposition se dégageraient pendant le frittage et pourraient ainsi agir défavorablement sur la microstructure de la céramique.
- Le broyage: il permet d'obtenir des grains fins et peut s'effectuer en milieu sec ou humide. Il sert également à ajuster les surfaces spécifiques du matériau en minimisant la porosité intergranulaire.
- Le moulage: il dépend de l'usinage désiré. Il peut se réaliser à partir d'une barbotine par coulage dans un moule, ou à partir de matériaux pulvérulents par pressage isostatique, avec ou sans liant organique, dans un moule.

- Le brûlage du liant: les pièces moulées sont maintenues dans un four à une température durant un temps suffisant pour éliminer le liant.
- Le frittage: il constitue la phase la plus importante de l'élaboration de la céramique. Cette opération est utilisée pour optimiser une ou plusieurs propriétés physiques bien déterminées: résistance mécanique, constante diélectrique, perméabilité, etc...

#### V-3.4. Préparation des poudres de BaTiO<sub>3</sub> et SrTiO<sub>3</sub>:

Les poudres de BaTiO<sub>3</sub> et SrTiO<sub>3</sub> sont préparées [34], [46] en mélangeant en proportions convenables (suivant la stoechiométrie désirée) et en broyant ensemble par voie humide, du carbonate de baryum (carbonate de strontium) et du rutile (TiO<sub>2</sub>). La poudre obtenue est calcinée à une température de l'ordre de 1.100°C avec une vitesse de montée en température bien déterminée.

Pour une stoechiométrie (rapport BaO/TiO<sub>2</sub> ou SrO/TiO<sub>2</sub>) de un, on a les formules de réaction suivantes:



Pour des stoechiométries différentes de un (supérieures ou inférieures) on obtient outre BaTiO<sub>3</sub> (SrTiO<sub>3</sub>) et CO<sub>2</sub> un excès de Ba<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> (Sr<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub>), ou de dioxyde de titane TiO<sub>2</sub> respectivement.

A partir de la poudre, on peut obtenir des céramiques (polycristallines) ou des monocristaux suivant la procédure utilisée.

La préparation de la céramique se fait soit:

- A sec, en broyant la poudre et en la pressant. La pastille obtenue sera frittée à une température bien déterminée et pendant un temps défini.
- Ou en l'air, en ajoutant à la poudre une phase liquide, le mélange sera broyé, séché, avant d'être pressé et fritté.

La préparation des monocristaux se fait par la méthode de flux. Les éléments constitutifs du flux sont en partie les constituants de la poudre et les autres sont choisis

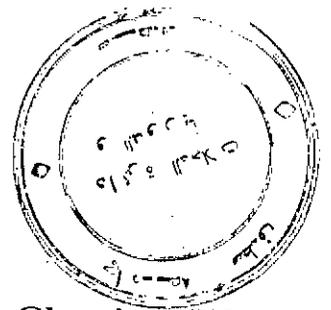
de telle sorte qu'ils ne se substituent pas dans le réseau cristallin. Le frittage est contrôlé par des fours régulés automatiquement.

### V-3.5. Propriétés des céramiques:

Les propriétés des céramiques tiennent autant de leur nature que de la technologie de mise en forme. Certains matériaux peuvent être utilisés pour des fonctions différentes pouvant être contradictoires selon les ajouts qui leur ont été faits. Le titanate de baryum par exemple peut être isolant et diélectrique pour ses applications en tant que condensateur ou bien semi-conducteur pour ses applications en tant que thermistance.

On peut trouver une large gamme de valeurs de permittivités pour les matériaux céramiques, associées à des pertes faibles de l'ordre de  $10^{-2}$  ou moins [45].

Il faut citer également la notion d'évolution avec le temps de la permittivité, qui dépend directement de la microstructure du matériau, (nature exacte du matériau, taille des grains, porosité, tensions internes, densité des défauts cristallins, etc...). La décroissance de la permittivité suit une loi logarithmique avec le temps [33], [45].



## Chapitre VI

# EXPERIMENTATIONS, MESURES ET RESULTATS

---

### VI-1. Introduction:

les propriétés et caractéristiques des matériaux utilisés, que nous avons explicitées dans le chapitre précédent vont nous servir pour la préparation de nos nouveaux matériaux composites, à savoir le Polyester-BaTiO<sub>3</sub> et le Polyester-SrTiO<sub>3</sub>.

Les échantillons (matériaux hétérogènes solides) sont en fait, des mélanges de deux matériaux dont l'un sert de matrice (Polyester liquide) et l'autre de charge (poudre de BaTiO<sub>3</sub> ou SrTiO<sub>3</sub>). Cette charge est incluse en fractions volumiques de 0 %, 5 %, 10%,...jusqu'à 50 %. On n'a pas pu aller au delà de cette limite faute de l'inhomogénéité du mélange.

Pour les élaborer, on a suivi deux méthodes différentes.

## VI-2. Mesures à fréquence fixe:

### VI-2.1. Préparation des échantillons:

Nos calculs ont été effectués en prenant en considération que le volume total qui est la somme du volume de la matrice et celui de la charge, soit égale à un, en terme de pourcentage: 100 %.

Pour ce faire, on a fixé le volume du Polyester liquide et on a cherché celui de  $\text{BaTiO}_3$  et  $\text{SrTiO}_3$  pour les différentes fractions volumiques. Le volume du Polyester est mesuré par seringue. Le volume des poudres céramiques étant difficile à mesurer, on a préféré travailler avec leurs masses qui sont déterminées à partir de leurs densités "d" connues.

Si on désigne par  $V_m$  le volume de la matrice et  $V_c$  le volume de la charge, on aura:

$$V_m \% + V_c \% = 100 \%$$

Les densités théoriques des poudres  $\text{BaTiO}_3$  et  $\text{SrTiO}_3$  sont: 6,08 et 4,81 ( $\text{g/cm}^3$ ) respectivement.

Par pycnométrie, on a obtenu pour  $\text{SrTiO}_3$  une densité de 4.79 ( $\text{g/cm}^3$ ). La mesure a été difficile à cause de la perte d'une petite quantité de grains de la céramique qui flottaient à la surface de l'eau dans le pycnomètre.

La pesée des poudres a été faite avec une balance de quatre chiffres après la virgules et ceci pour avoir une bonne précision dans les proportions du matériau hétérogène.

Le mélangeage des matériaux se fait en l'air à la température ambiante. Le polyester est accéléré à l'aide d'un accélérateur "Polyax Y3" à base de sels de cobalt (octoat de cobalt). La réaction de polymérisation est amorcée par l'action d'un catalyseur "Plyca X8". Le mélange est ensuite versé dans un moule ayant une forme rectangulaire. Après son durcissement qui dure quelques heures, l'échantillon est poli pour avoir les dimensions du guide d'ondes (22,86 - 10,16) mm. Pour avoir une bonne précision sur les mesures [48], [49], plusieurs épaisseurs sont préparées pour chaque fraction volumique.

### VI-2.2. Résultats et discussions:

La résolution de l'équation (II-22) citée dans le deuxième chapitre, est faite à l'aide d'un logiciel qu'on a développé au laboratoire [50], [51] en langage Pascal et qui permet de déterminer  $\varepsilon'$  et  $\varepsilon''$  jusqu'à la sixième détermination, on donne ici son organigramme:

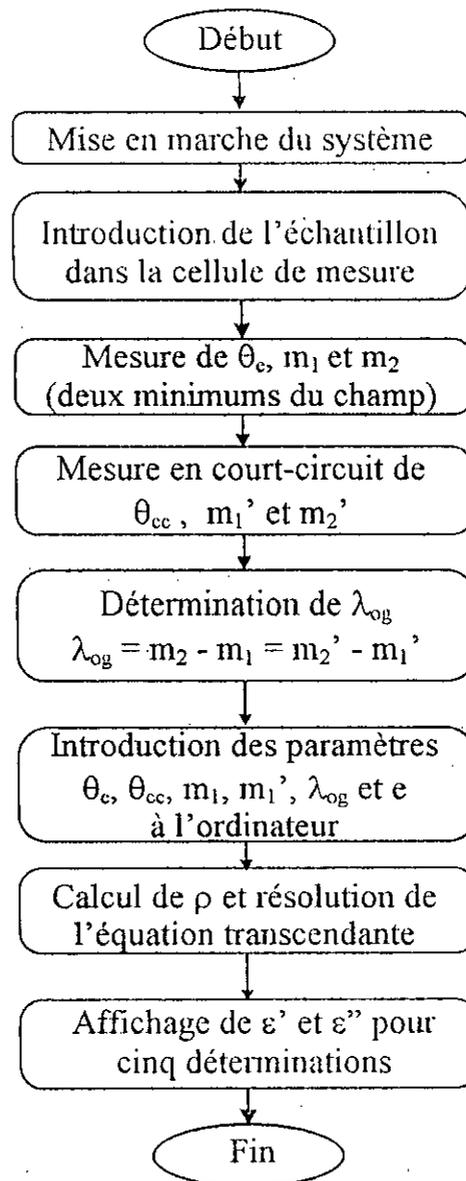


Fig. (VI-1): Organigramme de la procédure de mesure de  $\varepsilon'$  et  $\varepsilon''$  par la méthode de la ligne court-circuitée à fréquence fixe.

Avant de faire des mesures sur nos échantillons, on a commencé par un étalonnage du banc de mesure avec un matériau bien connu qui est le Téflon; les résultats étaient en bon accord avec ceux de la bibliographie [23].

On donne dans la figure (VI-1) l'organigramme de la procédure permettant la mesure des termes réel et imaginaire de la permittivité complexe en utilisant la méthode de la ligne court-circuitée.

Le choix de la fréquence fixe  $F = 9,455$  GHz, s'est fait pour travailler avec le minimum de dispersion [3].

Le calcul de  $\epsilon'$  nous permet de tracer ses variations en fonction du taux de charges incluses dans le Polyester comme c'est indiqué sur les figures (VI-2) et (VI-3):

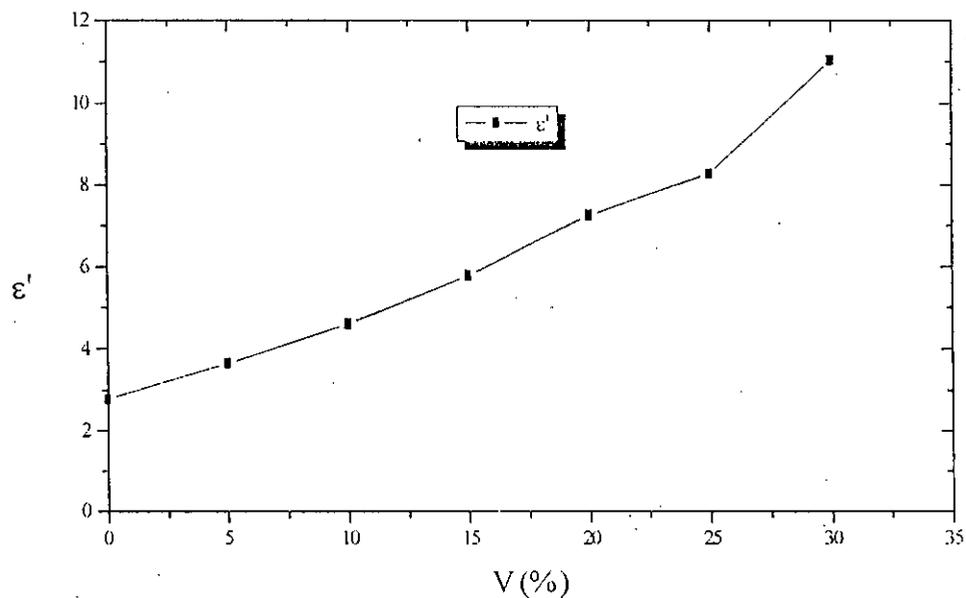


Fig. (VI-3): Variation de  $\epsilon'$  du composite Polyester-BaTiO<sub>3</sub> en fonction de la fraction volumique de la charge, à  $F = 9,455$ GHz.

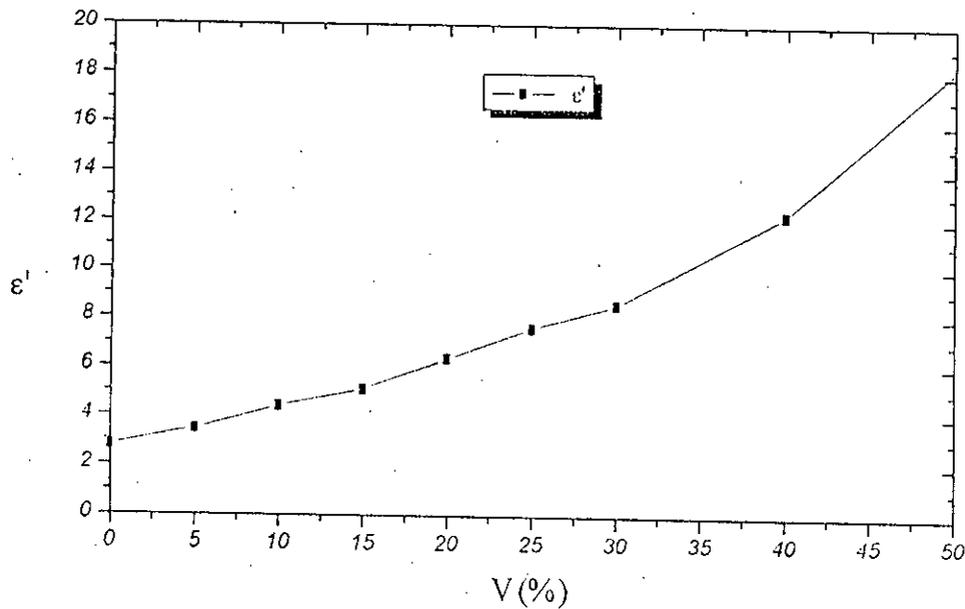


Fig. (VI-3): Variation de  $\epsilon'$  du composite Polyester-SrTiO<sub>3</sub> en fonction de la fraction volumique de la charge, à  $F = 9,455\text{GHz}$ .

On remarque l'augmentation des valeurs de  $\epsilon'$  pour les deux composites en fonction de la fraction volumique de 2,88 pour le Polyester pur jusqu'à 11,03 pour un taux de charge de 30 % de BaTiO<sub>3</sub>, et jusqu'à 18 pour un taux de charge de 50 % de SrTiO<sub>3</sub>. La forme de cette variation va être discutée en la comparant à celles obtenues par les lois de mélanges étudiées.

Nous ne donnerons pas les résultats de  $\epsilon''$  car, étant très faibles elles sont affectés d'erreurs importantes.

### VI-3. Mesures en large bande de fréquence:

#### VI-3.1. Préparation des échantillons:

N'ayant pas pris en considération dans la première préparation le retrait du Polyester durant la polymérisation donc du matériau composite, le volume attribué au Polyester liquide n'était pas le bon en fait, puisque le volume qui nous intéressait était celui du solide.

Pour résoudre ce problème, on a travaillé cette fois-ci avec les masses. On a fixé celle du Polyester à 10 g et on a cherché ensuite son volume à partir de sa densité qu'on a mesurée par pycnométrie, d'où:

$$V_m = m / d$$

avec  $d = 2.22 \text{ g/cm}^3$  et  $m = 10 \text{ g}$ .

Pour la pesée des poudres céramiques, on a suivi la même procédure déjà citée, en utilisant cette fois dans le mélangeage un vibreur et ceci pour évacuer les bulles d'air introduites dans le mélange.

Le mélange est ensuite versé dans des moules cylindriques. Après durcissement, l'échantillon est usiné pour avoir la forme d'un cylindre creux de 3,04 mm de diamètre interne et 7 mm de diamètre externe avec toujours, différentes épaisseurs allant de 2 mm à 7 mm pour chaque fraction volumique.

### VI-3.2. Résultats et discussions:

La figure (VI-4) représente l'organigramme de la procédure utilisée pour la détermination de la permittivité complexe des échantillons par l'analyseur de réseau et ceci sur une bande de fréquences de 0,1 à 10 GHz.

Nous donnons en annexe B le menu du logiciel gérant l'analyseur de réseau.

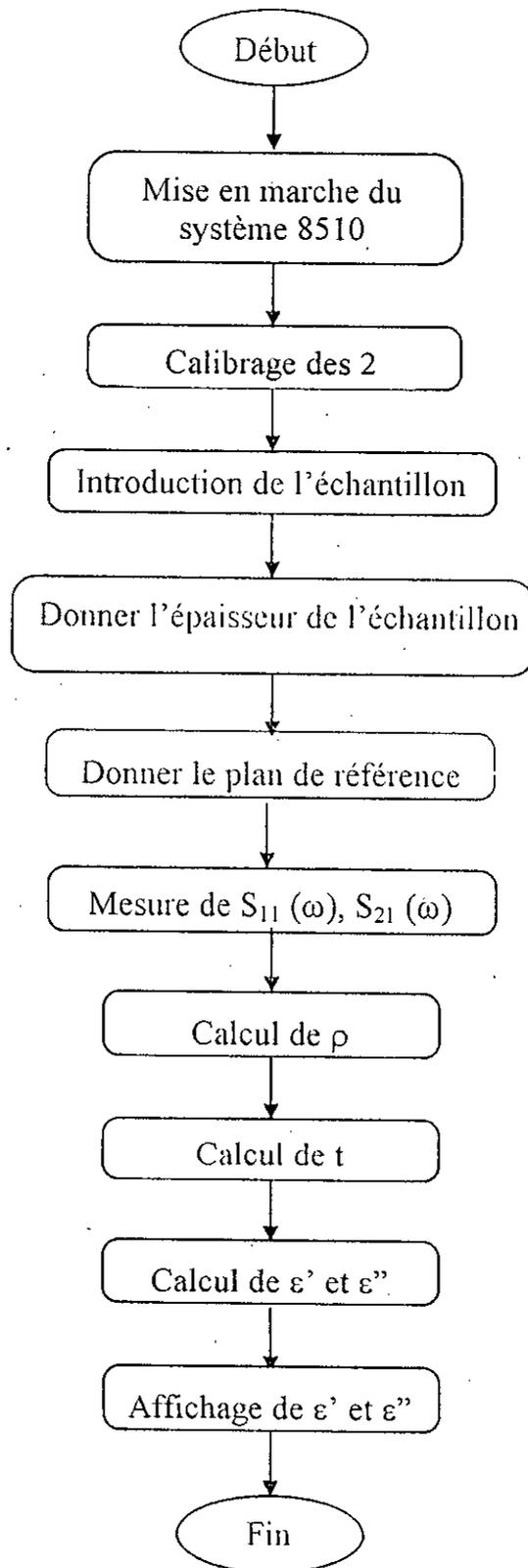


Fig (VI-4): Organigramme de la procédure de calcul de  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  par l'analyseur de réseau.

Nous représentons dans les figures suivantes les résultats obtenus par l'analyseur de réseau [52].

La variation des deux termes de la permittivité en fonction de la fréquence, du Polyester pur est illustrée dans la figure (VI-5).

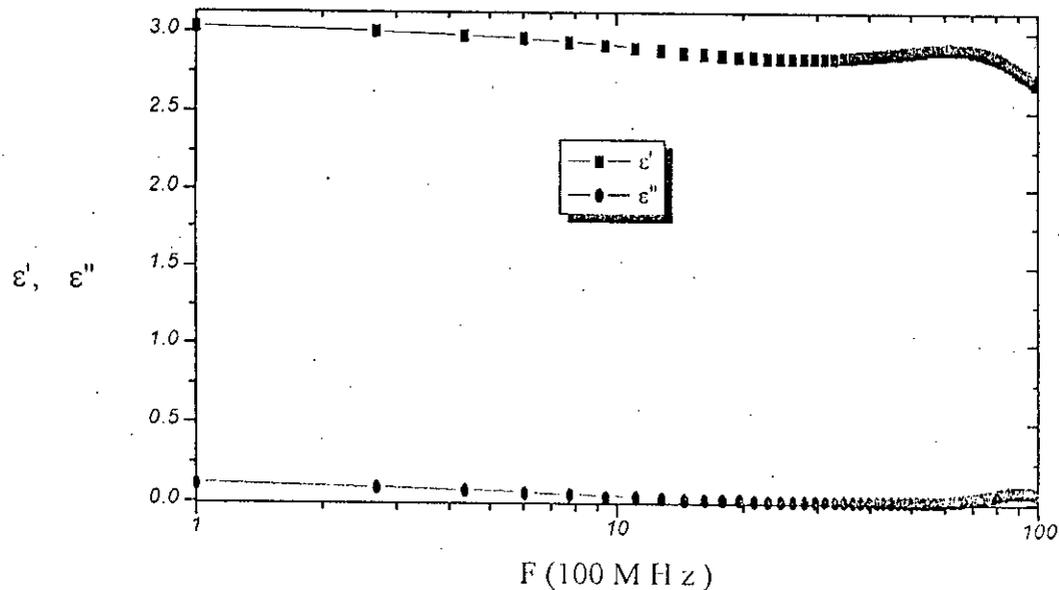


Fig. (VI-5): Variations de  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence, du Polyester pur.

La figure montre des valeurs de  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  presque constantes. la variation est comprise entre 3 et 2,78, ce qui est en bon accord avec la bibliographie [35].

Pour les deux matériaux Polyester-BaTiO<sub>3</sub> et Polyester-SrTiO<sub>3</sub>, nous avons superposé sur les graphes plusieurs valeurs de  $\epsilon'$  ( $\epsilon''$ ), correspondant aux différentes fractions volumiques, en fonction de la fréquence.

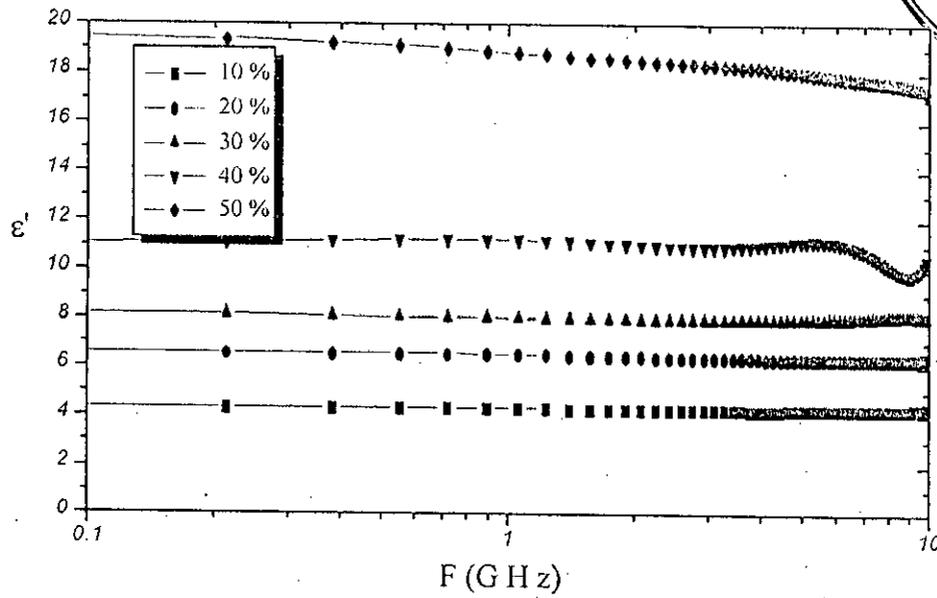
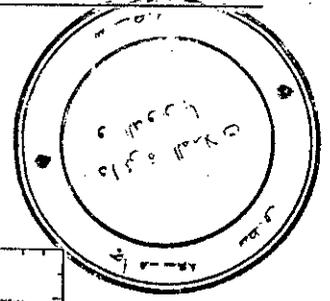


Fig. (VI-6): Variations de  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence, du composite Polyester-BaTiO<sub>3</sub> pour différentes fractions volumiques de BaTiO<sub>3</sub>.

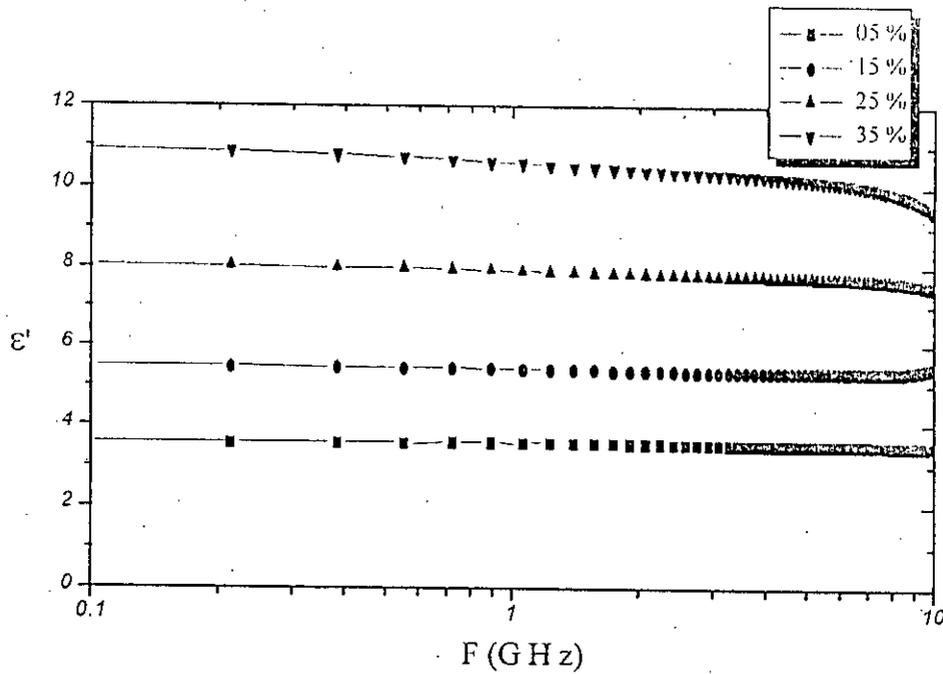


Fig. (VI-7): Variations de  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence, du composite Polyester-BaTiO<sub>3</sub> pour différentes fractions volumiques de BaTiO<sub>3</sub>.

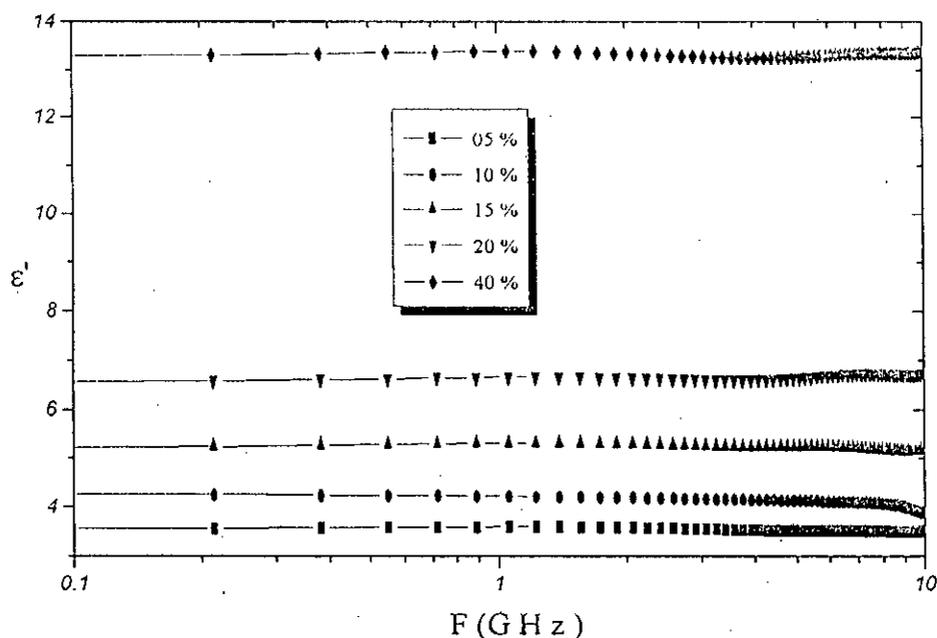


Fig. (VI-8): Variations de  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence, du composite Polyester-SrTiO<sub>3</sub> pour différentes fractions volumiques de SrTiO<sub>3</sub>.

On remarque d'une part, l'augmentation de  $\epsilon'$  en fonction du taux de charge (ce qui a été vu dans les graphes précédents) et d'autre part des spectres presque plats, ce qui explique la stabilité de ces matériaux dans cette gamme de fréquences.

Les variations de  $\epsilon'$  à la fréquence  $F = 0,1$  GHz sont

- de 3 à 19,5 pour un taux de charge de 0 à 50 %, pour le composite Polyester-BaTiO<sub>3</sub>.
- de 3 à 16 pour un taux de charge de 0 à 45 %, pour le composite Polyester-SrTiO<sub>3</sub>

Néanmoins quelques pics sont apparus pour quelques fractions volumiques. Un exemple est donné dans la Figure (VI-9).

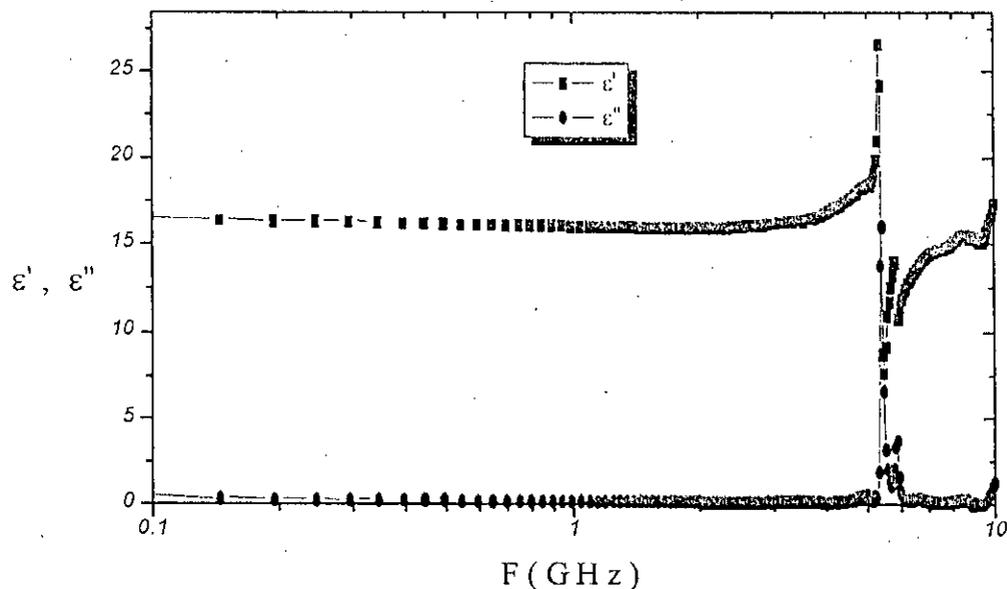


Fig. (VI-9): Variations de  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence, du composite Polyester- $\text{SrTiO}_3$  pour une fraction volumique de la charge de 45 %.

Ne connaissant aucune relaxation pour le Polyester et pour les céramiques étudiées dans ces fréquences [31], [34] et [35], on s'est rendu compte que ce phénomène représente des résonances diélectriques du matériau.

En effet, selon l'épaisseur et la nature de l'échantillon et la fréquence de mesure, nous pouvons avoir des phénomènes de diminution du coefficient de réflexion. Pour les matériaux sans pertes, ces phénomènes ont lieu lorsque l'épaisseur de l'échantillon est un multiple de la demi-longueur d'onde à l'intérieur du matériau [25]

$$e = k \frac{\lambda_g}{2} \quad (\text{VI-1})$$

où  $k$  est un entier et  $\lambda_g$  est donnée par:

$$\lambda_g = \frac{c}{\sqrt{\epsilon \mu} F} \quad (\text{VI-2})$$

$\epsilon$  et  $\mu$  étant la permittivité et la perméabilité du matériau et  $F$  la fréquence de mesure.

En remplaçant  $\lambda_g$  par sa valeur dans (VI-1) on pourrait trouver la fréquence de la résonance, l'épaisseur de l'échantillon étant connue ainsi que  $\epsilon$ ,  $\mu$  dans notre cas est égale à 1.

En prenant  $k = 1$ , on trouve:

$$F_r = \frac{c}{2e\sqrt{\epsilon}}$$

On prend l'exemple de la figure (VI-9), où  $d = 7.05$  mm et  $\epsilon = 16$ , on trouve  $F = 5.32$  GHz. On remarque que  $F$  correspond exactement à la fréquence d'apparition du pic, d'où l'élimination de la possibilité d'une relaxation.

Pour le tracé de  $\epsilon''$ , nous avons agrandi les échelles pour mieux voir ses variations très faibles.

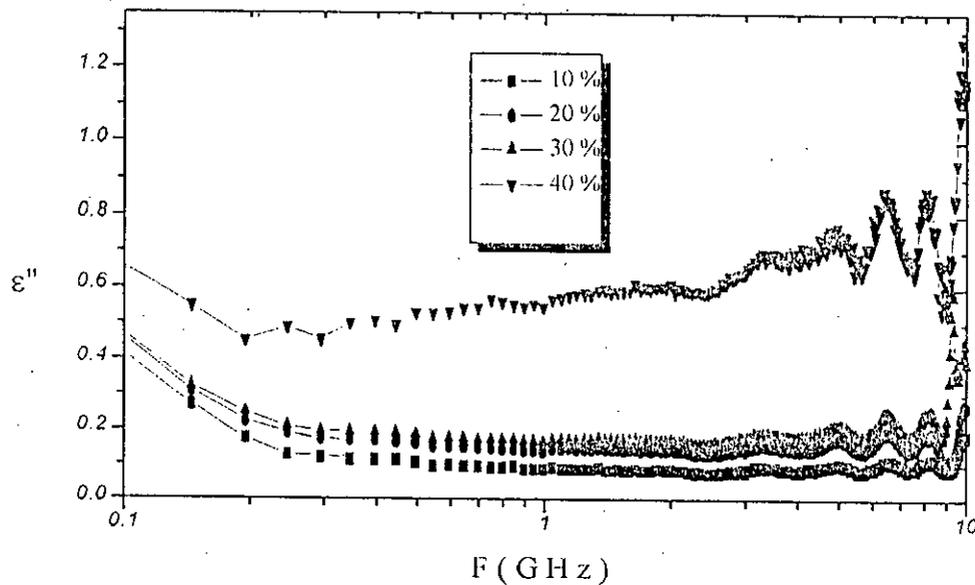


Fig. (VI-10): Variations de  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence, du composite Polyester-BaTiO<sub>3</sub> pour différentes fractions volumiques de BaTiO<sub>3</sub>.

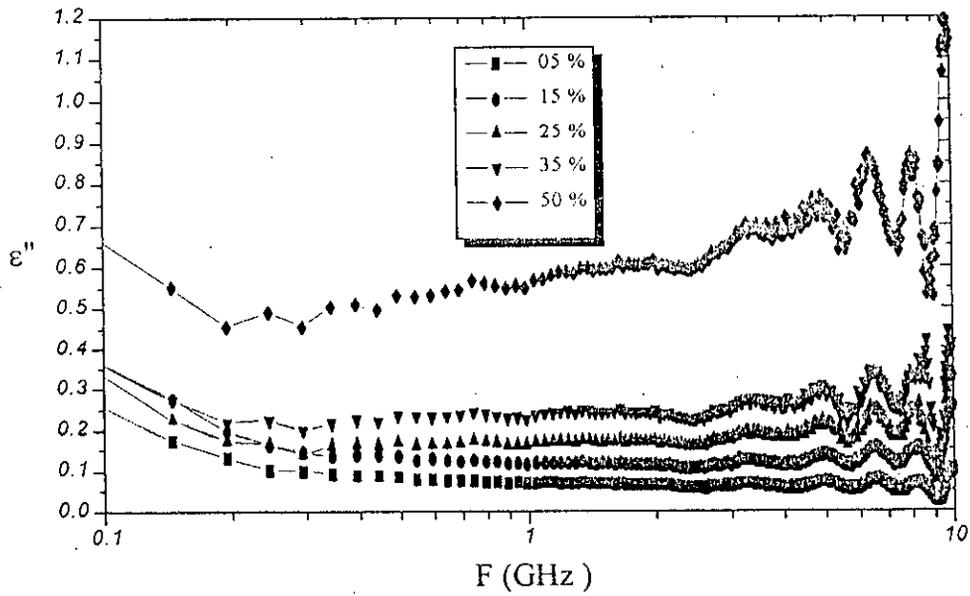


Fig. (VI-11): Variations de  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence, du composite Polyester-BaTiO<sub>3</sub> pour différentes fractions volumiques de BaTiO<sub>3</sub>.

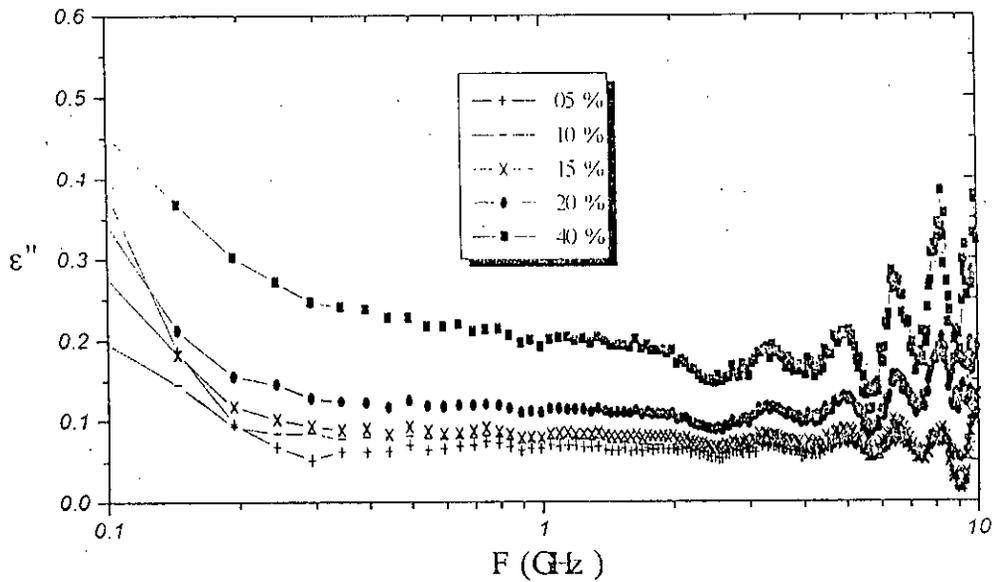


Fig. (VI-12): Variations de  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence, du composite Polyester-SrTiO<sub>3</sub> pour différentes fractions volumiques de SrTiO<sub>3</sub>.

Les variations de  $\epsilon''$  sont comprises entre 0.05 pour le Polyester pur et environ 0,65 pour un taux de charge de 50 % de BaTiO<sub>3</sub> et environ 0,25 pour 45 % de taux de SrTiO<sub>3</sub>.

Des fluctuations apparaissent qui sont expliquées d'une part:

- par la relation existant entre  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  exprimée par la loi de *Kronig-Kramer* [31] qui introduit qu'une variation de  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence est accompagnée d'une variation de  $\epsilon''$  aussi petite soit elle.
- et d'autre part par les erreurs de mesure qui sont comparables aux valeurs très faibles de  $\epsilon''$  [23].

#### VI-4. Confrontation avec les lois de mélanges:

Pour voir l'évolution de la permittivité en fonction de la charge incluse, nous avons tracé ses variations à partir des différentes lois de mélanges étudiées.

##### Loi de *Lichtenecker*:

D'abord on a commencé par la loi de *Lichtenecker*. On donne ici les résultats obtenus pour différentes fréquences.

Les fluctuations apparues au delà de 8 GHz ne nous ont pas permis de comparer les valeurs obtenues par le banc de mesure à fréquence fixe avec celles de l'analyseur de réseau.

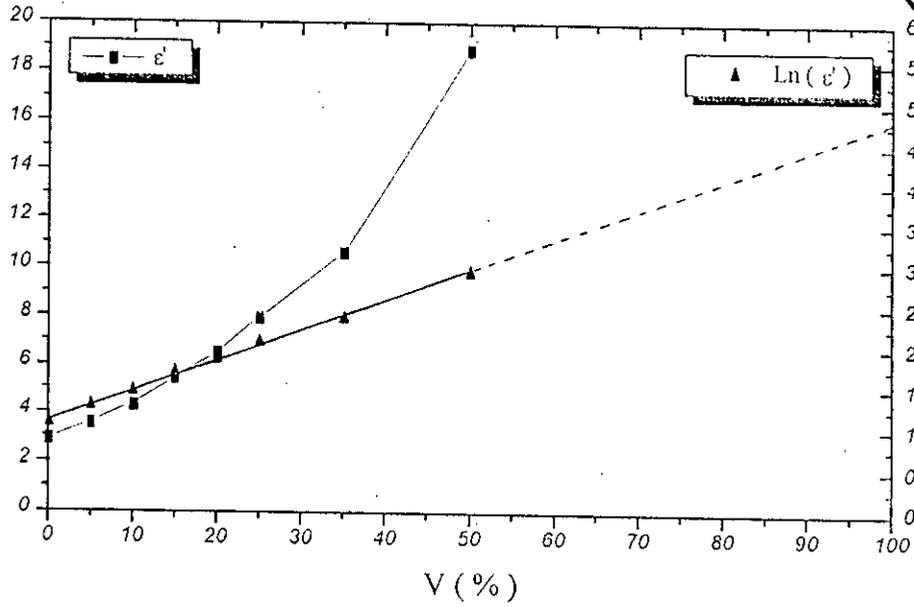
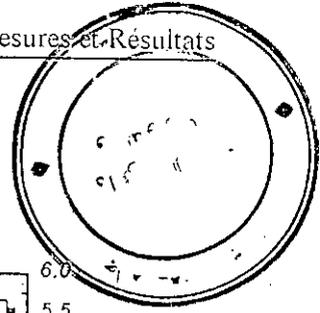


Fig.(VI-13): Variation de  $\epsilon'$  et  $\text{Ln}(\epsilon')$  du composite Polyester- BaTiO<sub>3</sub> en fonction de la fraction volumique de la charge, à F = 1 GHz.

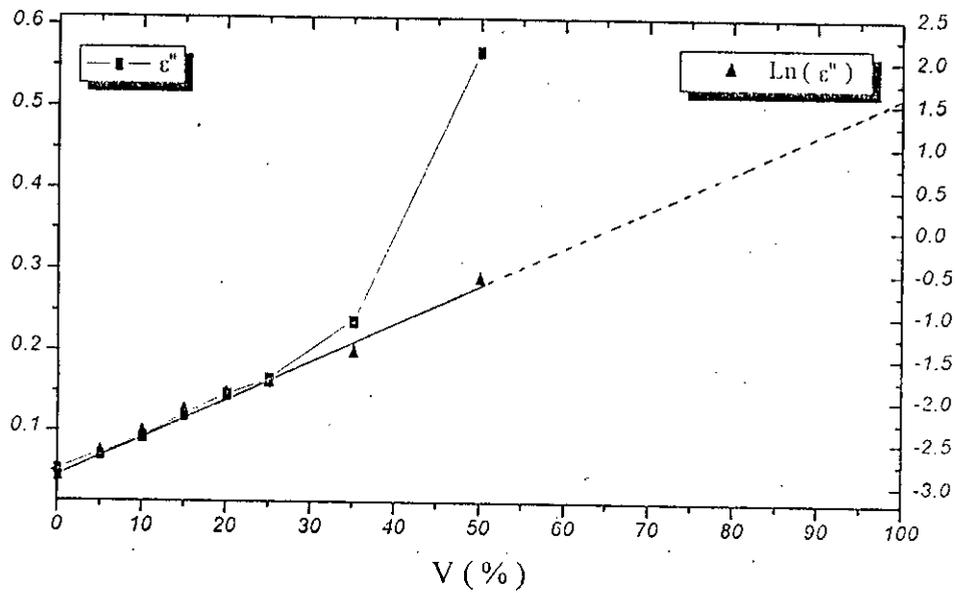


Fig.(VI-14): Variation de  $\epsilon''$  et  $\text{Ln}(\epsilon'')$  du composite Polyester-BaTiO<sub>3</sub> en fonction de la fraction volumique de la charge, à F = 1 GHz.

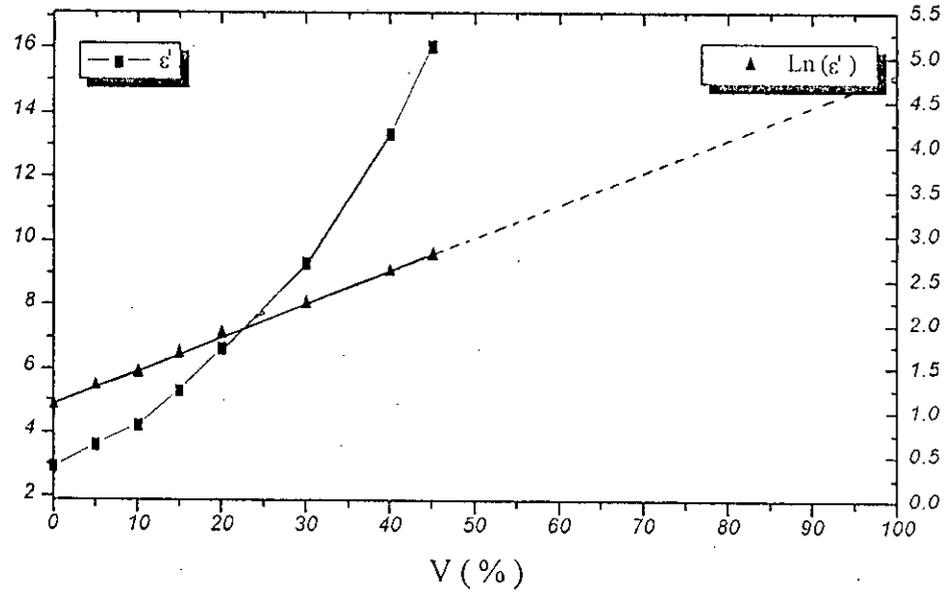


Fig.(VI-15): Variation de  $\epsilon'$  et  $\text{Ln}(\epsilon')$  du composite Polyester-SrTiO<sub>3</sub> en fonction de la fraction volumique de la charge, à F = 1 GHz.

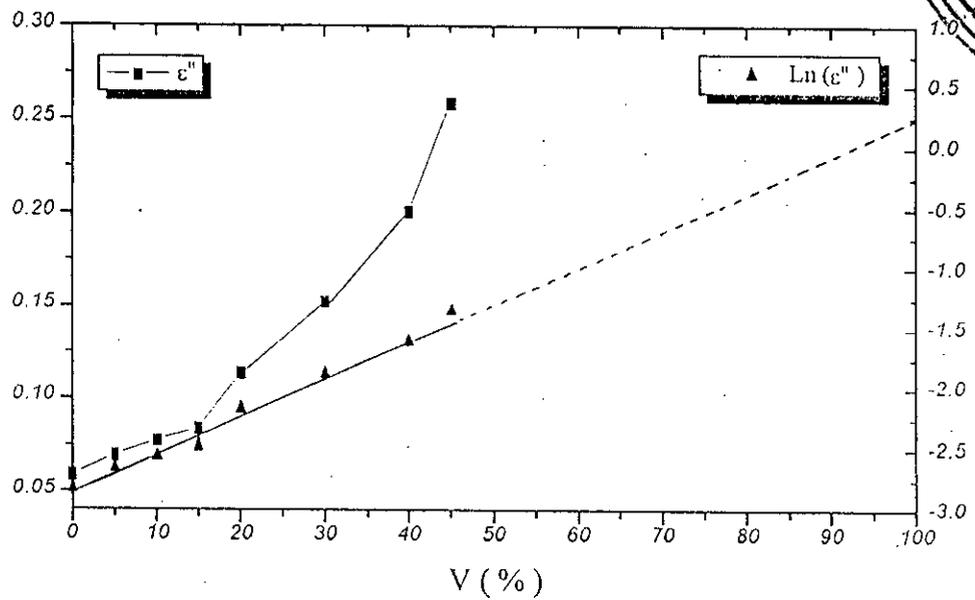
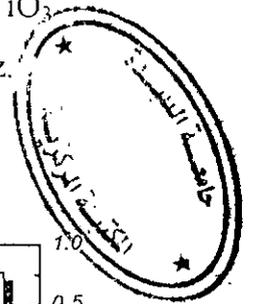


Fig.(VI-16): Variation de  $\epsilon''$  et  $\text{Ln}(\epsilon'')$  du composite Polyester-SrTiO<sub>3</sub> en fonction de la fraction volumique de la charge, à F = 1 GHz.

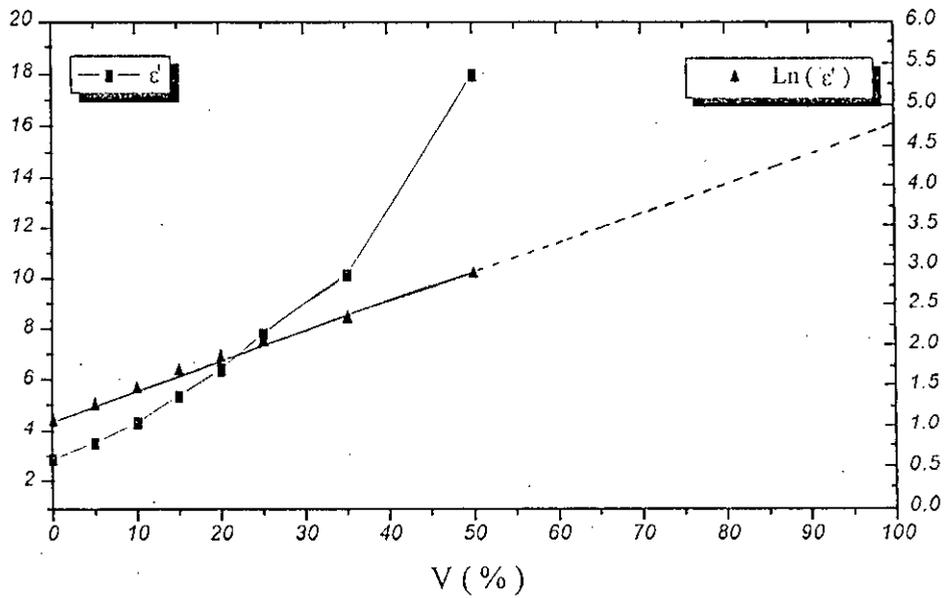


Fig.(VI-17): Variation de  $\epsilon'$  et  $\text{Ln}(\epsilon')$  du composite Polyester-BaTiO<sub>3</sub> en fonction de la fraction volumique de la charge, à F = 8 GHz.

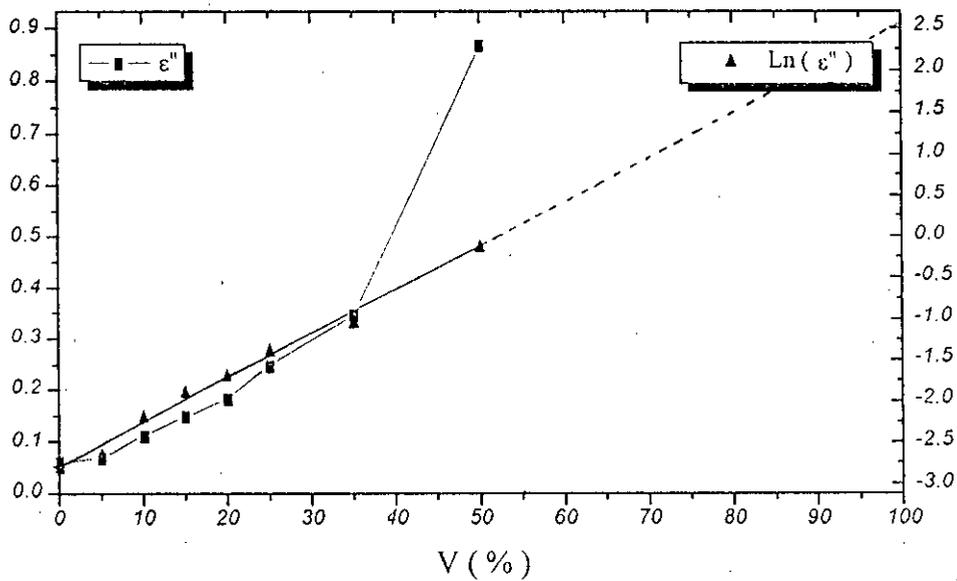


Fig.(VI-18): Variation de  $\epsilon''$  et  $\text{Ln}(\epsilon'')$  du composite Polyester-BaTiO<sub>3</sub> en fonction de la fraction volumique de la charge, à F = 8 GHz.

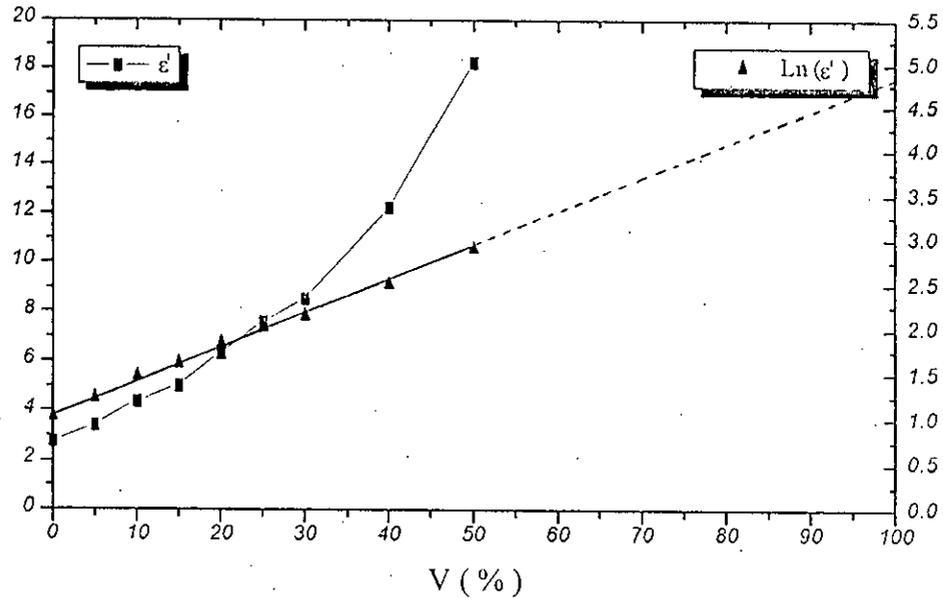


Fig.(VI-19): Variation de  $\epsilon'$  et  $\text{Ln}(\epsilon')$  du composite Polyester-SrTiO<sub>3</sub> en fonction de la fraction volumique de la charge, à  $F = 9.455$  GHz.

D'après les graphes on remarque clairement que ces variations suivent une loi logarithmique, ce qui permet d'extrapoler les droites (l'extrapolation est représentée par des lignes coupées) pour déterminer les deux termes de la permittivité des céramiques pures: BaTiO<sub>3</sub> et SrTiO<sub>3</sub> qui n'ont pas une valeur normalisée dans la bibliographie.

On rappelle que deux céramiques avec la même composition peuvent avoir des permittivités différentes dues aux conditions de préparation différentes (différentes compacités), donc la comparaison se fait au niveau de l'ordre de grandeur seulement.

Les extrapolations nous ont permis d'obtenir les valeurs indiquées dans le tableau ci-dessous:

	$\epsilon'$	$\epsilon''$	F (GHz)
BaTiO <sub>3</sub>	162,38 - 151,411	5,3655 - 8,49	0,1 - 8
SrTiO <sub>3</sub>	115,584 - 114,17	1,33 - 1,6989	0,1 - 5

Tab. (VI-1): Valeurs expérimentales de  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  obtenues par extrapolation.

	$\epsilon'$	F (GHz)
Von Hippel [35]	600 - 150	3 - 10
Aviles Castro [53]	715- 77,6	1 - 9,55
Mouhsen [31]	1050- 650	0.1 - 3

Tab. (VI-2): Valeurs de  $\epsilon'$  du BaTiO<sub>3</sub> données par la bibliographie.

	$\epsilon'$	F (GHz)
Von Hippel [35]	232 - 230	0,1 - 10
Aviles Castro [53]	307 - 189	0,1 - 4,82

Tab. (VI-3): Valeurs de  $\epsilon'$  du SrTiO<sub>3</sub> données par la bibliographie.

En comparant nos résultats avec ceux indiqués dans les tableaux ci-dessus, on peut dire que:

- pour les valeurs de SrTiO<sub>3</sub>: elles appartiennent à l'ordre de grandeur donné avec une légère diminution.
- pour celles de BaTiO<sub>3</sub>: qui appartiennent toujours à l'ordre de grandeur, mais présentent de faibles valeurs. Ceci est expliqué par la présence de l'air dans les échantillons qui fait baisser la permittivité d'une part, et d'autre part il se peut que ces valeurs soient celles de  $\epsilon''$ .

En fait, la comparaison ne peut se faire qu'en connaissant les caractéristiques de la céramique, à savoir, la pureté, la taille des grains, etc... Une étude faite sur des céramiques magnétiques [54], montre une variation nette de la constante diélectrique pour différents diamètres de grains. L'effet de la taille des grains sur les céramiques BaTiO<sub>3</sub>SrTiO<sub>3</sub> est aussi remarqué par d'autres auteurs [55].

#### Loi de Bottreau:

La loi de *Lichtenecker* n'étant qu'un cas particulier de la loi de *Bottreau*, les résultats devraient donc vérifier cette loi.

Effectivement, en appliquant la relation (IV-22) et sans même passer par le tracé des graphes, nous pouvons calculer la permittivité des céramiques pures, connaissant par ailleurs la valeur de  $\epsilon_i$  correspondant au point d'inflexion.

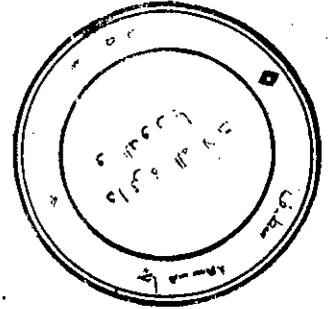
Le point d'inflexion est à 50 % du taux de charge, ce qui a été aussi donné par d'autres auteurs pour ce genre de céramiques [38].

la permittivité de l'inclusion sera donc égale à:

$$\epsilon_2 = (\epsilon_i)^2 / \epsilon_1$$

la relation s'applique aussi bien pour  $\epsilon'$  que  $\epsilon''$ .

Le tableau suivant résume les valeurs obtenues par cette loi:



	$\epsilon'$	$\epsilon''$	F ( GHz)
BaTiO <sub>3</sub>	169,32 - 154,27	5,4366 - 9,3316	0,1 - 8
SrTiO <sub>3</sub>	125,7 - 112,805	1,336 - 2,13	0,1 - 5

Tab. (VI-4): Valeurs de  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  obtenues à partir de la loi de Bottreau.

Les valeurs obtenues par les deux lois sont presque similaires avec une supériorité légère pour celles de la deuxième loi.

#### Les autres lois de mélange:

Le calcul de la permittivité des mélanges pour les autres lois repose sur la connaissance des permittivités des constituants de ce mélange. Or, comme nous avons déjà introduit que la normalisation des mesures ne s'étend pas encore aux mesures de la permittivité, nous nous sommes basés sur les valeurs de nos mesures extrapolées.

Les figures suivantes englobent les résultats:

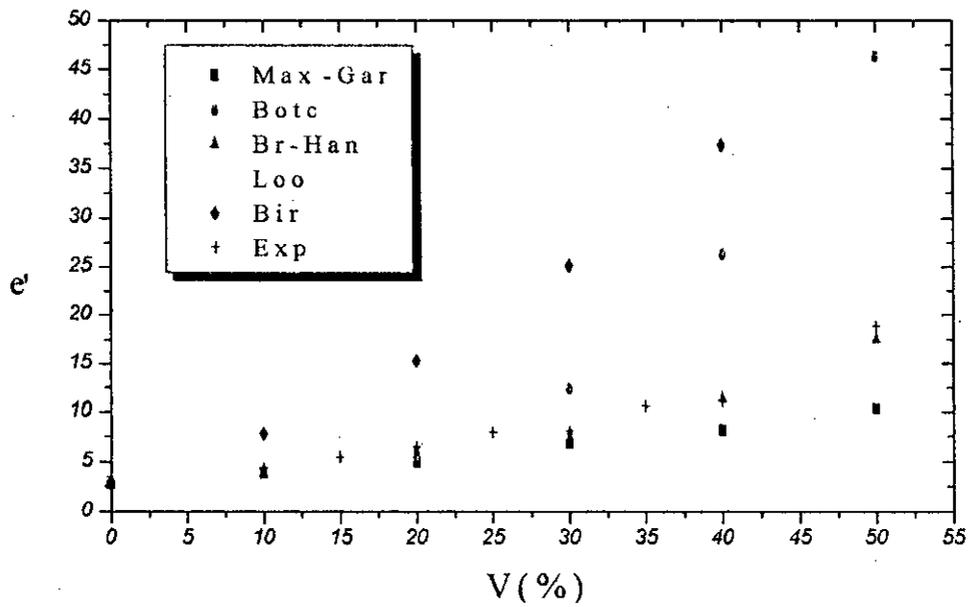


Fig. (VI-21): Valeurs de  $\epsilon'$  du composite Polyester-BaTiO<sub>3</sub> obtenues par les lois de mélanges.

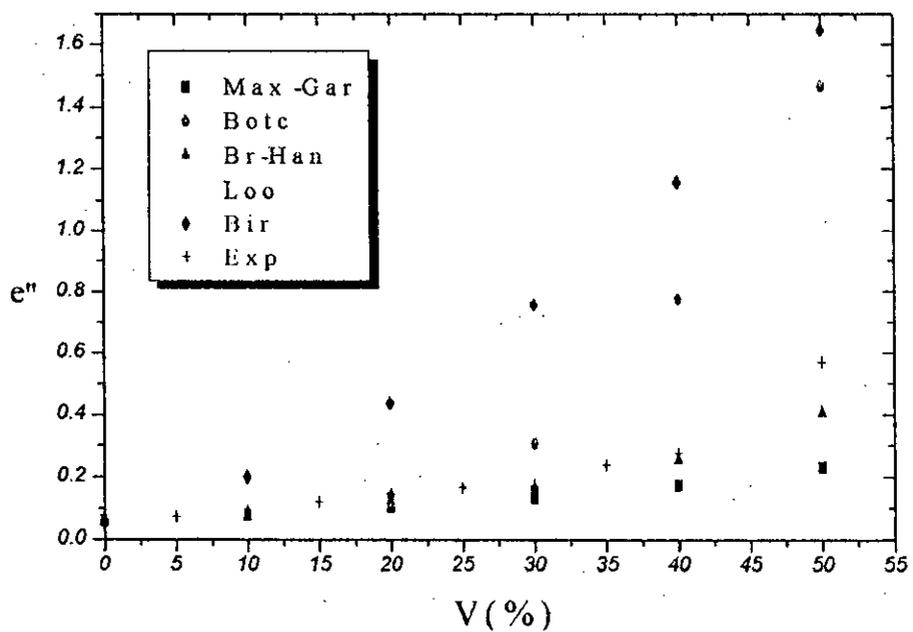


Fig. (VI-22): Valeurs de  $\epsilon''$  du composite Polyester-SrTiO<sub>3</sub> obtenues par les lois de mélanges.

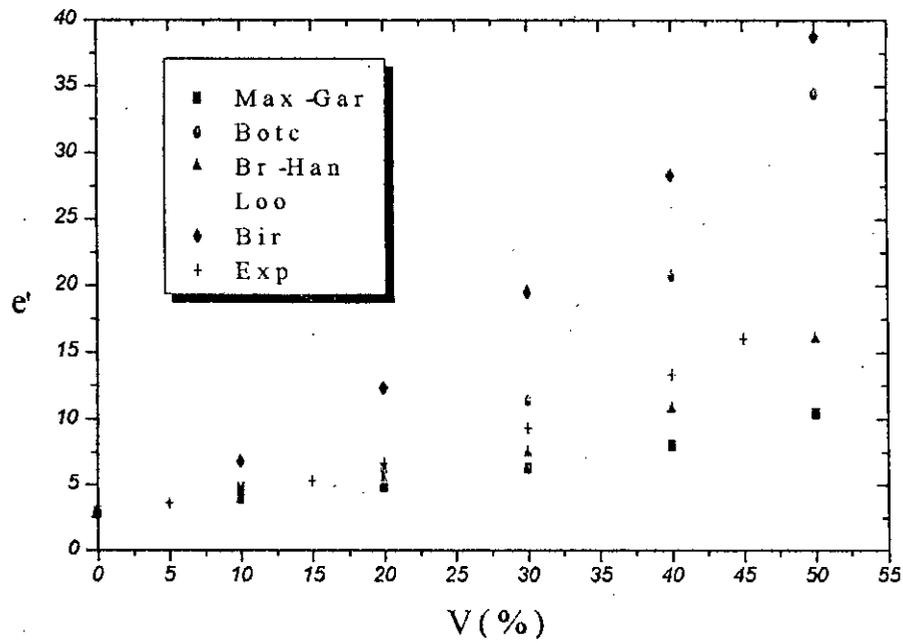


Fig. (VI-23): Valeurs de  $\epsilon''$  du composite Polyester-BaTiO<sub>3</sub> obtenues par les lois de mélanges,

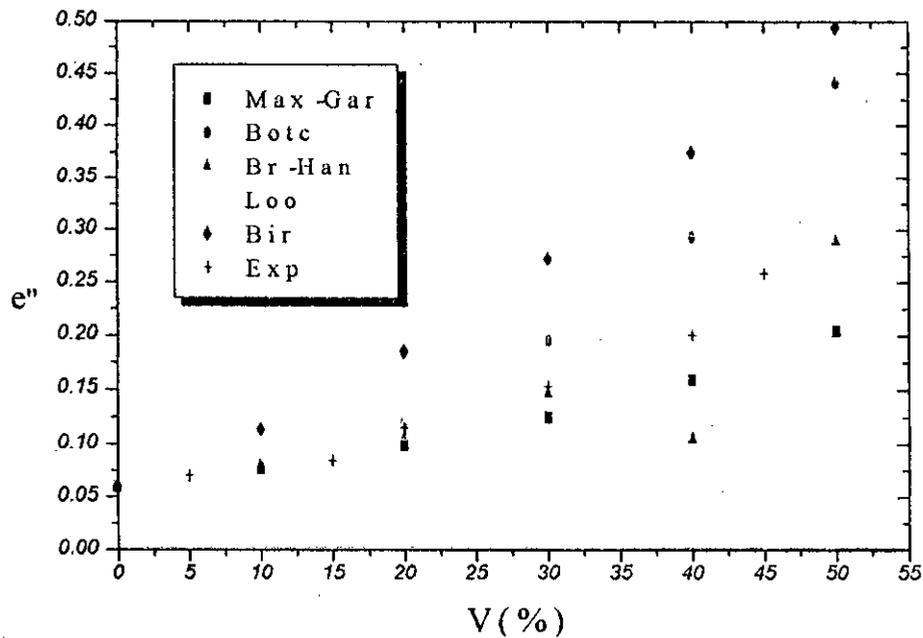


Fig. (VI-24): Valeurs de  $\epsilon''$  du composite Polyester-SrTiO<sub>3</sub> obtenues par les lois de mélanges.

On remarque sur les graphes (VI-21) à (VI-24), que jusqu'à 10 % des fractions volumiques des céramiques incluses, toutes les lois semblent donner les mêmes valeurs. Au delà, seule la loi de Bruggmann- Hanaï reste représentative à la limite jusqu'à 30 % du taux de charge de  $\text{SrTiO}_3$ , et 40 % du taux de charge de  $\text{BaTiO}_3$ .

#### VI-5. Etude des relaxations:

Les graphes obtenus ne laissent pas paraître des diminutions de  $\epsilon'$  accompagnées de pics pour  $\epsilon''$ , autrement dit des relaxations. Pour vérifier nos constatations, on a tracé les diagrammes d'Argand pour les deux matériaux à différentes fractions volumiques, nous n'avons pu voir aucune relaxation. Ce qui ne contredit pas les auteurs [31], [35], [53], et [56]-[58] qui ont trouvé que le Titanate de Baryum présentait une relaxation autour de 300 MHz, et le Titanate de Strontium aux environs de 500 MHz, mais peut s'expliquer comme suit:

1) Les valeurs de  $\epsilon''$ , très petites, sont comparables aux erreurs de mesure ce qui ne leur donne pas une bonne précision.

2) Les faibles taux de  $\text{BaTiO}_3$  ou  $\text{SrTiO}_3$  dans le Polyester, ce qui veut dire que son comportement reste dominant.

3) La mauvaise qualité de la céramique (du mélange) due à la préparation, qui se traduit par une diminution ou suppression des corrélations entre les octaèdres d'oxygène, ce qui a pour effet de supprimer les relaxations aux fréquences citées [53]. Les corrélations pourraient aussi être gênées par la présence du polyester dans le matériau composite.

# Conclusion

## CONCLUSION

---

L'industrie moderne: mécanique, chimique, électrique, électronique, nucléaire ou spatiale, a un besoin constamment renouvelé de matériaux de caractéristiques bien particulières: réfractaires, conducteurs, semi-conducteurs, diélectriques, piézoélectriques et optoélectriques, résistant à la corrosion chimique, à l'abrasion mécanique, etc...

Dans notre travail, nous avons étudié le comportement diélectrique des matériaux composites (Polyester-BaTiO<sub>3</sub> et Polyester-SrTiO<sub>3</sub>). Après avoir effectué la caractérisation du Polyester pur, nous y avons incorporé les différentes céramiques citées pour faire une étude systématique en fonction de la fréquence et du pourcentage en volume des constituants.

les courbes obtenues, nous montrent la stabilité en fréquence de la résine qui présente de bonnes propriétés diélectriques [59], [60] et un accroissement régulier des deux termes de la permittivité ( $\epsilon'$  et  $\epsilon''$ ) avec la concentration en inclusions. Nous avons ensuite exploité les lois de mélanges étudiées pour interpréter nos résultats, nous avons trouvé que la loi de Bottreau et celle de Lichtenecker, qui n'est en fait qu'un cas particulier de la première loi citée, permettent de rendre compte des variations expérimentales des deux termes réels et imaginaires de la permittivité et ceci sur toute la gamme de fréquences utilisée. La loi de Bruggemann-Hanaï s'accorde avec les résultats expérimentaux pour un faible taux d'inclusions.

Les permittivités déduites des céramiques pures semblent légèrement inférieures à l'ordre de grandeur donné par la bibliographie [31], [33], [48]. Nous avons attribué

cette diminution à la présence de bulles d'air au sein de l'échantillon et qui persistent surtout pour les fractions volumiques élevées [38] où la quantité de résine n'est plus suffisante pour remplir les interstices entre les grains.

Les variations de la permittivité en fonction de la fréquence pour toutes les fractions volumiques, donnent des spectres presque plats et où la relaxation n'apparaît pas, ce qui a été remarqué aussi par [53] pour certains échantillons à cause de leur inhomogénéité.

Pour une caractérisation meilleure et plus spécifique nous recommandons de donner plus de soin à la méthode de préparation des échantillons à savoir travailler sous vide pour éliminer les micro-bulles d'air et avoir ainsi un matériau binaire et non ternaire et adapter des nouvelles techniques physiques et chimiques [61], [62] pour augmenter la compacité de la céramique.

En fait dans une céramique, on peut trouver une phase vitreuse (polycristalline) et une phase cristalline [47]. Il serait donc indispensable de connaître la microstructure du composant par diffraction de rayons X, ce qui permet de déterminer les axes cristallins de façon à ce que soient connues les directions relatives de contraintes appliquées (champ électrique, force, etc...), surtout pour le Titanate de Baryum et de Strontium qui présentent une anisotropie, pour pouvoir enfin interpréter les résultats.

Une étude en fonction de la température appliquée au matériau serait bénéfique, mais nécessiterait des moyens spécifiques pour empêcher la diffusion de la chaleur dans la cellule de mesure et ainsi perturber les champs électromagnétiques.

Sur le plan instrumental, nous envisageons d'abord de refaire les mesures et d'augmenter la résolution jusqu'à 801 points pour mieux visualiser les points suspects en apportant plus de soin à la finition des dimensions de l'échantillon et à son positionnement dans la cellule de mesure. L'utilisation d'autres méthodes telle que la cavité résonante permet de donner plus de précision sur ces points.

## DETERMINATION DE LA PERMITTIVITE COMPLEXE DU POLYESTER CHARGE PAR LE TITANATE DE BARYUM OU TITANATE DE STRONTIUM EN HYPERFREQUENCES.

A. MERZOUKI, D. HAMZAOUJ, N. BOUZIT, M. A. YESSAD et A. M. BOTTREAU\*.

*Institut d'Electronique Université FERHAT ABBES SETIF 19000.*

*\*Laboratoire PIOM, Université de BORDEAUX I, FRANCE.*

La montée en fréquences des dispositifs passifs et actifs conçus en particulier pour les télécommunications, les systèmes de détection et de guidage civils et militaires ainsi que l'industrie spatiale, nécessite une perpétuelle recherche dans le domaine de caractérisation des matériaux et ceci sur une large gamme de fréquences s'étalant du statique à l'infrarouge. Les caractéristiques ferroélectriques des céramiques de type pérovskite leur donnent une grande variété d'utilisation dans l'Electronique [1] (résonateurs, filtres interférentiels, absorbants micro ondes, antennes, ...). Ceci nous a mené à étudier l'évolution de la permittivité complexe ( $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$ ) des composites polymères chargés par le Titanate de Baryum ( $\text{BaTiO}_3$ ) et le Titanate de Strontium ( $\text{SrTiO}_3$ ).

Les échantillons à caractériser (matériaux hétérogènes solides) sont des mélanges de deux matériaux dont l'un sert de matrice (polyester liquide) et l'autre de charge (poudres de  $\text{BaTiO}_3$  ou  $\text{SrTiO}_3$ ). La charge est incluse en fractions volumiques de 0 à 50 % par rapport à la matrice (ne pouvant aller au delà de cette limite car le mélange deviendrait non homogène). La réaction se fait à la température ambiante. Les échantillons obtenus de différentes épaisseurs  $e$ , ont la forme de la cellule de mesure (parallélépipédique et torique).

Nous avons effectué nos mesures de la permittivité complexe sur deux dispositifs [2]:

- Un banc de mesure à fréquence fixe  $F = 9,455$  GHz (à Sétif).
- Un analyseur de réseaux HP8510B qu'on a exploité dans la gamme de fréquences de 0,1 à 10 GHz (à Bordeaux).
- A fréquence fixe  $F = 9,455$  GHz, nous avons tracé pour chaque épaisseur  $e$ , les variations de la permittivité complexe en fonction de la fraction volumique  $V\%$ . On remarque l'augmentation de  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  en fonction du taux de charge. A titre d'exemple, :  $\epsilon'$  varie de 2,94 pour le polyester pur à 18,27 pour un taux de charge de 50 % de  $\text{SrTiO}_3$  alors que  $\epsilon''$  varie de 0,06 à 0,6 pour les mêmes proportions.
- En large bande de fréquences (0,1 à 10 GHz), nous avons représenté pour chaque fraction volumique et pour chaque épaisseur, les variations de la partie réelle  $\epsilon'$  et imaginaire  $\epsilon''$  de la permittivité complexe. Les courbes de  $\epsilon'$  en fonction de la fréquence représentent des spectres plats sans relaxation, ce qui explique la bonne stabilité de ce genre de céramiques. On donne par exemple pour un taux de charge de 25 % de  $\text{BaTiO}_3$  et une épaisseur de 5,24 mm,  $\epsilon'$  est autours de 8. Pour 30 % de  $\text{SrTiO}_3$  et une épaisseur de 1,15 mm,  $\epsilon'$  est autours de 10. Néanmoins quelques fluctuations apparaissent dans les graphes de  $\epsilon''$  et ceci se traduit par leurs faibles valeurs d'où l'importance des erreurs de mesures. Les résultats obtenus semblent vérifier les lois de mélanges de Lichtenecker et de Bottreau [3], et permettent la détermination de la permittivité complexe de  $\text{BaTiO}_3$  et  $\text{SrTiO}_3$  purs par extrapolation (112,16 pour  $\text{BaTiO}_3$  et 107,77 pour  $\text{SrTiO}_3$  à  $F = 0,8414$  GHz en utilisant la loi de Lichtenecker), ceci nous permettra d'intervenir sur la proportionnalité des fractions volumiques pour générer un matériau diélectrique à caractéristiques diélectriques prédéterminées.

### REFERENCES:

- [1] A.P. VON HIPPEL, Les diélectriques et leurs applications, DUNOD, Paris (1961).
- [2] A. MERZOUKI, Thèse d'état présentée à l'université de Constantine (1993).
- [3] A.M. BOTTREAU, J Chim. Phys. (1997) 94, 1587-1601.

## BIBLIOGRAPHIE

---

- [1] **J.A. EDMINSTER.**  
"Electromagnétisme", McGraw Hill, Paris, (1980).
- [2] **S. RAMO, J.R. WHINNERY et T. VAN DUZER.**  
"Fields and Waves in Communication Electronics", 2<sup>nd</sup> Edition, (1984).
- [3] **F. GARDIOL.**  
"Hyperfréquences", Volume XIII, Edition Georgi, 1<sup>re</sup> Edition, (1981).
- [4] **E. ARGENCE.et Th. KAHAN.**  
"Théorie des guides et cavités électromagnétiques", Dunod, Paris, (1964).
- [5] **P. COMBES.**  
"Ondes métriques et centimétriques", Dunod, Paris, (1982).
- [6] **R. BADOUAL.**  
"Les micro-ondes", Tomes 1 et 2, Masson, Paris, (1983).
- [7] **G. KENNEDY.**  
"Electronics Communication Systems", McGraw Hill, 3<sup>rd</sup> Edition, (1987).
- [8] **V. VIGNERAS-LEFEBVRE.**  
Thèse de Doctorat, Bordeaux I, (1991).
- [9] **G.L. FRIEDSMAN et E. BIEDL.**  
"A Broadband Free-Space Dielectric Properties Measurement System at Millimeter Wavelengths", IEEE trans, Vol 46, N° 2, April (1997).
- [10] **J.L. PUEYO.**  
Thèse de Doctorat, Bordeaux I, (1983).
- [11] **A. MERZOUKI.**  
Thèse de Doctorat, Bordeaux I, (1992).
- [12] **T.HERIHIRI.**  
Thèse de Magister, Institut d'Electronique, Sétif, (1996).

- [13] **M.A. YESSAD.**  
Thèse de Magister, Institut d'Electronique, Sétif, (1998).
- [14] **A. MERZOUKI, M.A. YESSAD et D. HAMZAOU.**  
"Nouvelle Méthode de Mesure Pour la Caractérisation des Matériaux Diélectriques en Hyperfréquences par Spectroscopie Temporelle", Journal of IEEEA, Vol 1, p 12-17, Décembre (1997).
- [15] **C.L. DEMAU.**  
Thèse de Doctorat, Bordeaux I, (1969).
- [16] **A.M. BOTTREAU, G.VICQ et A.BALANA.**  
"Détermination de la permittivité complexe des matériaux à très fortes pertes", Journal of molecular liquids, 33, (1987), p 311-324.
- [17] **A. BALANA.**  
Thèse de Doctorat, Bordeaux I, (1990).
- [18] **PHILIPS.**  
"Hyperfréquences", Experiences de base, Tomes 2, Sivers Lab.
- [19] **A. DRIOUCH.**  
Rapport de stage DEA, Bordeaux I, (1980).
- [20] **Rapport d'activité.**  
Laboratoire de spectrométrie temporelle et fréquentielle Bordeaux I, (1980).
- [21] **A.MERZOUKI.**  
Rapport d'activité. Bordeaux I, (1989).
- [22] **TP Licence EEA.**  
"Ondes et Matière", Université de Bordeaux I.
- [23] **HEWLETT PACKARD.**  
"Materials Measurement", Product Note 8510-3.
- [24] **HEWLETT PACKARD.**  
"Student guide for basic Network measurements using The HP 8510B Network Analyser System", Edition 3.0, January (1988).
- [25] **E. RIVER et R. SARDOS.**  
"La matrice S", Masson, (1982).
- [26] **P. SABOUROUX.**  
Thèse de Doctorat, Bordeaux I, (1992).
- [27] **T. BILLET.**  
Rapport de stage, Bordeaux I, (1997).
- [28] **S. BAAZIZI.**  
Thèse de Magister, Institut d'Electronique, Setif, (1996).
- [29] **C. KITTEL.**  
"Introduction à la physique de l'état solide", Bordas, Paris, (1979).
- [30] **J.C. DUBOIS.**  
"Diélectriques plastiques", Techniques de L'ingenieur, E 1850.

- [31] **A.MOUHSEN.**  
Thèse de Doctorat, Bordeaux I, (1995).
- [32] **E.BOUGNET.**  
Thèse de Doctorat, Brdeaux I, (1996).
- [33] **F. MICHERON.**  
"Ferroélectricité", Techniques de L'ingénieur, E 1870.
- [34] **L. BENZIADA-TAIBI.**  
Thèse de Doctorat es Sciences, Institut de Cimie, USTHB, (1987).
- [35] **A. VON HIPPEL.**  
"Les diélectriques et leurs applications", Dunod, Paris, (1961).
- [36] **G. VICQ.**  
Thèse de 3<sup>ème</sup> cycle, Bordeaux I, (1968).
- [37] **D. QUIVY.**  
"La permittivité et la perméabilité magnétique des mélanges",  
Communication présentée à la société Française des Electriciens, 7<sup>ème</sup> Série, Tome VIII, (1958).
- [38] **G. VICQ et A.M. BOTTREAU.**  
Journal of molecular liquids, 37 (1988), p 181-215.
- [39] **H. LOOYENGA.**  
"Dielectric Constants of Heterogeneous Mixtures", Physica, 31 (1965), p 401-406.
- [40] **A.M. BOTTREAU.**  
"Etude du comportement diélectrique de quelques composites polymères / carbone dans une large bande de fréquences", J Chim Phys, (1987) 94, p 1587-1601, Elsevier, Paris.
- [41] **A.M. BOTTREAU.**  
"Modélisation du comportement diélectrique des matériaux binaires, Corrélation avec les lois des mélanges.
- [42] **J. GOSSOT.**  
"Matières plastiques", Aide mémoire, Tome III, Dunod, (1967).
- [43] **M. GEIER et D. DUEBAL.**  
"Guide pratique des matériaux composites", Lavoisier, (1985).
- [44] **C.A. NAUDIN.**  
"Matières plastiques, Nomenclature, Formules Chimiques", Techniques de l'Ingénieur, A 3010, (1986).
- [45] **J.M. HAUSSONNE.**  
"Céramiques pour Composants Electroniques", Techniques de l'ingénieur, E 1820; (1984).
- [46] **N. KAHOUL.**  
Thèse de Magister, Institut de Physique, Constantine, (1994).
- [47] **G. ALLIPRANDI**  
"Matériaux réfractaires et céramiques techniques, Editions Septima, Prais, (1979).

- [48] **ISSAC, CHENERIE et PRIOU.**  
Journées d'études, Conducteurs granulaires, Théories, Caractéristiques et Perspectives, Palais de la découverte, 10 Octobre (1990).
- [49] **SHUH-HAN CHAO.**  
"An uncertainty Analysis for the Measurement of Microwave Conductivity and Dielectric Constant by the Short-Circuited Line Method", IEEE trans on Instrumentation and Measurement, Vol IM 35, N°1, March (1986).
- [50] **L. TANGUAY et R. VAILLANCOURT.**  
"Numerical Solution of the Dielectric Equation for a Coaxial Line", IEEE trans on Instrumentation and Measurement, Vol IM 33, N°2, June (1984).
- [51] **S. GELINAS, V.N. TRAN et R. VAILLANCOURT.**  
"Global Iterative Solution of Dielectric Spectroscopy Equations", IEEE trans on Instrumentation and Measurement, Vol 39, N°4, August (1990).
- [52] **A. MERZOUKI, D. HAMZAOUI, N. BOUZIT et M.A. YESSAD.**  
"Détermination de la Permittivité Complexe du Polyester Chargé par le Titanate de Brayum ou le Titanate de Strontium en Hyperfréquences", Communication orale ELACAM'98, Alger, Juin (1998).
- [53] **C.D. AVILES CASTRO.**  
Thèse de Doctorat, Bordeaux I, (1991).
- [54] **F. EYNARD.**  
Thèse de Doctorat, Lyon I, (1995).
- [55] **KUMAR, S.F. WANG, S. VARNASI et J.P. DOUGHERTY.**  
"Grain Size Effect on the Dielectric Properties of Strontium Baryum Titanate", ISAF'92 proceeding of the 8<sup>th</sup> IEEE, p 55-58, New York, (1992).
- [56] **A. NACER.**  
Thèse de Magister, Institut de Physique, USTHB, (1997).
- [57] **A. MOUHSEN, J.L. MIANE et J. RAVEZ.**  
JCMM'96, Chambéry, (1996).
- [58] **L. BENZIADA-TAIBI.**  
"De la Céramique Traditionnelle à la Céramique Technique", Conférence plénière, ELACAM'98, Alger, Juin (1998).
- [59] **L.MASCIA.**  
"Thermoplastics, Material Ingeneering", 2<sup>nd</sup> Edition.
- [60] **F.W. BILLEMAYER.**  
"Text book of polymer science", 2<sup>nd</sup> Edition.
- [61] **H. KERMOUN, L. BENZIADA-TAIBI et N. BOUTAREK-ZAOURAR.**  
"Elaboration et Caractérisation de Céramiques de Composition  $(1-x)\text{SrTiO}_3-x\text{BaLiF}_3$  pour Applications Piézoélectriques", Communication orale, ELACAM'98, Alger, Juin (1998).
- [62] **A. HARABI et S. ACHOUR.**  
"Sintering of MgO and CaO Based Ceramics", Communication orale ELACAM'98, Alger, Juin (1998).

# Annexe

---

 Les opérateurs de Divergence, Rotationnel, Gradient et Laplacien

Coordonnées cartésiennes:

$$\nabla \cdot \mathbf{A} = \frac{\partial A_x}{\partial x} + \frac{\partial A_y}{\partial y} + \frac{\partial A_z}{\partial z}$$

$$\nabla \times \mathbf{A} = \left( \frac{\partial A_z}{\partial y} - \frac{\partial A_y}{\partial z} \right) \mathbf{a}_x + \left( \frac{\partial A_x}{\partial z} - \frac{\partial A_z}{\partial x} \right) \mathbf{a}_y + \left( \frac{\partial A_y}{\partial x} - \frac{\partial A_x}{\partial y} \right) \mathbf{a}_z$$

$$\nabla V = \frac{\partial V}{\partial x} \mathbf{a}_x + \frac{\partial V}{\partial y} \mathbf{a}_y + \frac{\partial V}{\partial z} \mathbf{a}_z$$

$$\nabla^2 V = \Delta V = \frac{\partial^2 V}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 V}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 V}{\partial z^2}$$

Coordonnées cylindrique:

$$\nabla \cdot \mathbf{A} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r A_r) + \frac{1}{r} \frac{\partial A_\varphi}{\partial \varphi} + \frac{\partial A_z}{\partial z}$$

$$\nabla \times \mathbf{A} = \left( \frac{1}{r} \frac{\partial A_z}{\partial \varphi} - \frac{\partial A_\varphi}{\partial z} \right) \mathbf{a}_r + \left( \frac{\partial A_r}{\partial z} - \frac{\partial A_z}{\partial r} \right) \mathbf{a}_\varphi + \frac{1}{r} \left( \frac{\partial}{\partial r} (r A_\varphi) - \frac{\partial A_r}{\partial \varphi} \right) \mathbf{a}_z$$

$$\nabla V = \frac{\partial V}{\partial r} \mathbf{a}_r + \frac{1}{r} \frac{\partial V}{\partial \varphi} \mathbf{a}_\varphi + \frac{\partial V}{\partial z} \mathbf{a}_z$$

$$\nabla^2 V = \Delta V = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial V}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 V}{\partial \varphi^2} + \frac{\partial^2 V}{\partial z^2}$$