N° d'Ordre 33

50376
1964
1

50376
1964

UNIVERSITÉ DE LILLE

FACULTÉ DES SCIENCES

CENTRE DE 3e CYCLE D'ÉLECTRONIQUE

THÈSE DE 3e CYCLE

Sur une méthode impulsionnelle de mesure des paramètres d'un domaine de relaxation dielectrique

BIBLIOTHÈQUE UNIVERSITAIRE
Section de SCIENCES
LILLE

Membres du Jury : M. GABILLARD, Président
M. LEBRUN, Examinateur
M. LIEBAERT, Examinateur

Présentée à Lille le 29 Février 1964

par

F. BLIOT

UNIVERSITE DE LILLE

FACULTE DES SCIENCES

Doyens honoraires : MM. H. LEFEBVRE, P. PRUVOST

Professeurs honoraires : MM. ARNOULT, BEGHIN, BROCHARD, CAU, CHAPELON, CHAUDRON, CORDONNIER, DEHEUVELS, DEHORNE, DOLLE, FLEURY, P. GERMAIN, KOURGANOFF, LAMOTTE, LELONG, Mme LELONG, MM. MAZET, A.MICHEL, NORMANT, PARISELLE, PASCAL, PAUTHENIER, ROIG, ROSEAU, ROUBINE, WIEMANN, ZAMANSKY.

Doyen : M. PARREAU, Professeur de Mathématiques

Assesseur : M. DURCHON, Professeur de Zoologie

Professeurs : MM. BERKER, Mécanique des Fluides
BACCHUS, Astronomie
BONNEMAN-BEMIA, Chimie et Physico-chimie industrielles
BONTE, Géologie appliquée
BOUISSET, Physiologie animale
Mlle CHAMFY, Mathématiques
MM. CORSIN, Paléobotanique
DECUYPER, Mathématiques
DEFRETIN, Biologie maritime
N..... Analyse supérieure et calcul des probabilités
DEHORS, Physique industrielle
DELATTRE, Géologie
DELEAU, Géologie
DESCOMBES, Calcul différentiel et intégral
GABILLARD, Radioélectricité et électronique
GERMAIN, Chimie générale et chimie organique
GLACET, Chimie
GONTIER, Mécanique des Fluides
HEIM DE BALSAC, Zoologie
HEUBEL, Chimie minérale
HOCQUETTE, Botanique générale et appliquée
KAMPE DE FERIET, Mécanique des Fluides
LEBEGUE, Botanique
LEBRUN, Radioélectricité et électronique
LEFEBVRE, Chimie appliquée

.../...

Mlle LENOBLE, Physique
MM. LUCQUIN, Chimie minérale
LURCAT, Physique
MARION, Chimie
Mlle MARQUET, Mathématiques
MM. MARTINOT LAGARDE, Mécanique des Fluides
MAUREL, Chimie
MENESSIER, Géologie
MONTREUIL, Chimie biologique
PEREZ, Physique
PHAM MAU QUAN, Mécanique rationnelle et expérimentale
POITOU, Algèbre supérieure
ROUELLE, Professeur de Physique et Electricité industrielle
SAVART, Chimie générale
SCHALLER, Zoologie
TILLIEU, Physique
TRIDOT, Chimie
VIVIER, Zoologie
WATERLOT, Géologie et Minéralogie
WERTHEIMER, Physique

Maitres de conférences :

MM. AVARGUES, détaché à l'énergie atomique
BECART, Physique
BOILLET, Physique
BOURIQUET, Botanique
CELET, Géologie
DELHAYE, Chimie
HENNEQUIN, Physique
HERZ, Mathématiques
HUARD DE LA MARRE, Calcul numérique
LACOMBE, Mathématiques
LINDER, Botanique
MONTARIOL, Chimie
Mlle NAZE, Mathématiques
MM. POLVECHE, Géologie
POUZET, Mathématiques
PROUVOST, Géologie
SCHILTZ, Physique

Chargés d'enseignement :

M. BLANCHART, Chimie appliquée et chimie de la houille
Mlle GOUSSELAND, Physique
M. LIEBART, Radioélectricité

Secrétaire :

Mme BOUCHET.

A MES PARENTS

A MA FEMME

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Radioélectricité et Electronique de la Faculté des Sciences de Lille.

Nous tenons à remercier ici Monsieur le Professeur GABILLARD, Directeur de ce Laboratoire, qui nous a confié ce travail et qui nous a constamment guidé et conseillé.

Nous exprimons également nos remerciements à Monsieur le Professeur LEBRUN, qui s'est vivement intéressé à notre étude et qui nous a fait bénéficier de ses précieux conseils et suggestions.

Nous remercions également Monsieur LIEBAERT, Maitre de Conférences, pour l'intérêt qu'il a témoigné à notre égard.

Que tous nos camarades de Laboratoire, pour la sympathie qu'ils nous ont témoignée et l'aide qu'ils nous ont apportée, veuillent bien trouver ici l'expression de notre reconnaissance.

INTRODUCTION

Dans l'étude des diélectriques, un domaine de relaxation est déterminé par son amplitude $K = \frac{\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty}{\varepsilon_\infty}$, par sa fréquence critique f_c et par sa fonction de distribution.

Les méthodes classiques de mesure de la permittivité complexe ε^* nécessitent, pour obtenir les paramétres K et f_c l'éxécution de toute une série de mesures à fréquence variable, (depuis $f_c/100$ jusque $100f_c$ environ).

Nous présentons ici une méthode qui permet de déterminer directement, au moyen d'une seule mesure, K, f_c et la conductibilité σ pour un diélectrique possédant un seul domaine d'absorption de type Debye.

Cette méthode est basée sur la comparaison des réponses à une impulsion rectangulaire :

- a) de la cellule contenant le diélectrique

- b) d'un circuit équivalent formé de résistances et de capacités. Les valeurs des éléments du circuit b) sont ajustées jusqu'à ce que le comparateur donne un signal de sortie nul.

On peut déduire directement K, f_c et la conductibilité σ des valeurs de ces éléments.

Dans une première partie nous exposons le principe de la méthode, en étudiant principalement un schéma de composants électriques (résistances capacités) équivalent à un diélectrique et la réponse du comparateur.

Dans la seconde partie, nous décrivons la réalisation expérimentale du comparateur, en donnant quelques indications sur la précision possible de la détermination des différents élèments et sur les difficultés rencontrées.

Dans la troisième partie, nous donnons un exemple d'application, en étudiant les différents paramétres d'un mélange de sable et d'eau, en fonction de la saturation en eau.

I - METHODE DE DETERMINATION DES PARAMETRES CARACTERISTIQUES D'UN DIELECTRIQUE.

I) SCHEMA ELECTRIQUE EQUIVALENT A UN DIELECTRIQUE

Pour un diélectrique ne présentant qu'un seul domaine de relaxation de type Debye et pouvant en plus présenter une conductibilité σ (indépendante de la fréquence), on peut trouver les éléments d'un dipole passif qui lui est équivalent.

L'admittance d'entrée d'une cellule remplie de diélectrique de permittivité complexe $\varepsilon^* = \varepsilon' - j(\varepsilon'' + \varepsilon''_\sigma)$ est :

$$Y_1 = G_o + j\omega (C_o + C_a \varepsilon^*)$$

où :

G_o : conductance résiduelle de la cellule (pratiquement nulle)

C_o : capacité résiduelle de la cellule

C_a : capacité active de la cellule (supposée constante).

En développant :

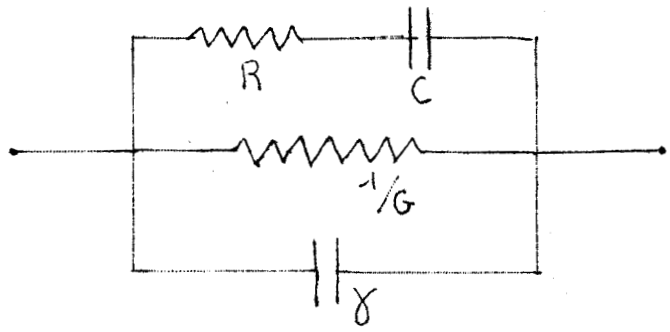
$$Y_1 = G_o + \omega C_a (\varepsilon'' + \varepsilon''_\sigma) + j\omega (C_o + C_a \varepsilon')$$

Le terme ε'' représente les pertes par relaxation diélectrique et le terme ε''_σ représente les pertes par conductivité.

La conductibilité σ du matériau est d'ailleurs rattachée à ε''_σ par la relation :

$$\varepsilon''_\sigma = \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_o}$$

Pour trouver le schéma électrique équivalent, on peut identifier la cellule remplie de diélectrique au dipôle suivant :



L'admittance présentée par un tel dipôle est :

$$Y_2 = G + C \frac{\omega^2 \tau}{1+\omega^2 \tau^2} + j\omega\left(\gamma + \frac{C}{1+\omega^2 \tau^2}\right)$$

où : $\tau = RC$

En identifiant Y_1 et Y_2 on a les relations :

$$\varepsilon' = \frac{\gamma - Co}{C_a} + \frac{C}{C_a} \frac{1}{1+\omega^2 \tau^2} \qquad (I-I)$$

$$\varepsilon'' + \varepsilon''_{\sigma} = \frac{G - Go}{\omega Ca} + \frac{C}{C_a} \frac{\omega\tau}{1+\omega^2 \tau^2} \qquad (I-2)$$

Or, pour un diélectrique ne présentant qu'un seul domaine de relaxation de type Debye, on a les relations (1) (2)

$$\varepsilon' = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty}{1+\omega^2 \tau^2}$$

$$\varepsilon'' = (\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty) \frac{\omega\tau}{1+\omega^2 \tau^2}$$

ε_0 étant la permittivité statique (basse fréquence) et ε_∞ la permittivité "limite" correspondant aux très hautes fréquences.

En reportant ces valeurs dans les relations (I-I) et (I-2) on a finalement :

$$\varepsilon_\infty = \frac{\gamma - Co}{C_a} \qquad (I-3)$$

$$\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty = \frac{C}{C_a} \qquad (I-4)$$

$$\sigma = \varepsilon_0 \frac{G - Go}{C_a} \qquad (I-5)$$

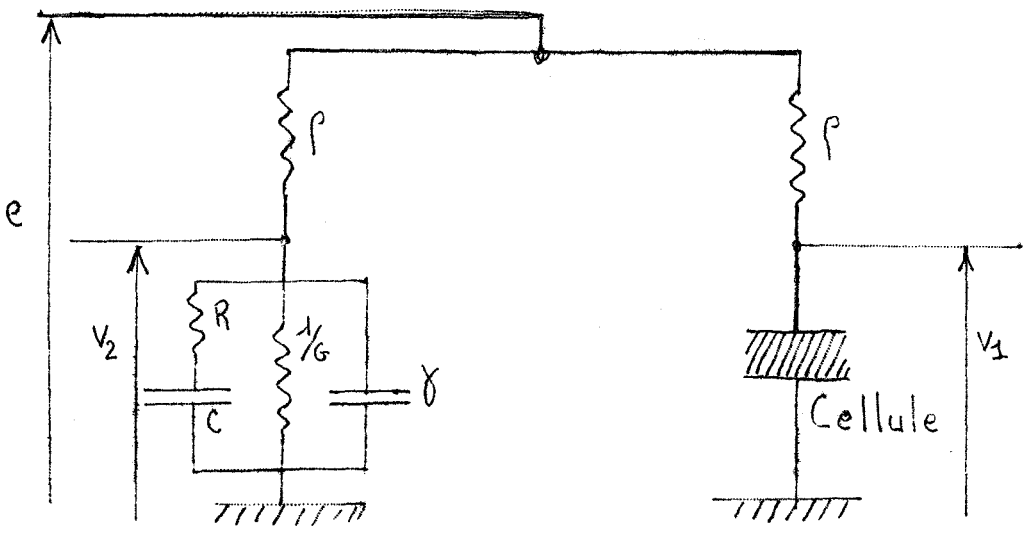
La fréquence critique, fréquence pour laquelle $\frac{\partial \varepsilon''}{\partial f} = O$ est :

$$f_c = \frac{1}{2\pi\tau} = \frac{1}{2\pi RC} \qquad (I-6)$$

Pour un diélectrique et une cellule donnés, les éléments G, R, C et γ sont uniques et directement liés aux grandeurs qui caractérisent le diélectrique. Donc, si on peut trouver expérimentalement ces éléments on aura de ce fait des informations concernant le diélectrique à mesurer. Le but de notre étude est de déterminer rapidement ces éléments avec le plus de précision possible.

2) DETERMINATION EXPERIMENTALE DU DI POLE EQUIVALENT

La méthode utilisée consiste à comparer l'admittance d'entrée présentée par une cellule remplie de diélectrique à l'admittance présentée par un dipôle étalon dont les élèments sont facilement connus.



Comme l'on veut atteindre au moyen d'une seule mesure les quatre variables (R, C, G et γ) du dipôle équivalent au diélectrique, il: est évident que l'emploi d'un signal d'excitation sinusoïdal est à exclure, puisqu'il ne permet de différencier que deux variables.

Pour un tel comparateur la condition d'équilibre s'écrit :

$$\Delta v = v_1 - v_2 = 0 \iff Y_1 = Y_2$$

Or, si on opére en régime sinusoïdal, à une fréquence f donnée, l'admittance inconnue Y_1 s'écrit :

$$Y_1 = G_1 + jB_1$$

et l'admittance Y_2 :

$$Y_2 = G_2 + jB_2 = G + G' + j(\omega\gamma + B')$$

G' et B' étant les composantes paralléles du dipôle série R, C

$$Y_1 = Y_2 \Longrightarrow \begin{cases} G + G' = G_1 \\ \omega\gamma + B' = B_1 \end{cases}$$

Pour chaque couple de valeurs (R, C) tel que :

$$G' < G_1 \qquad \text{et} \qquad B' < B_1$$

On peut trouver un couple (G, γ) tel que les équations ci-dessus soient satisfaites.

On a donc une infinité de solutions et il est impossible en une seule mesure d'atteindre le dipôle équivalent.
Il est nécessaire pour obtenir ces informations de repérer l'équilibre un certain nombre de fois à des fréquences régulièrement espacées, s'étendant de 0 à l' ∞ .

Le tracé du spectre hertzien permet alors de caractériser le diélectrique.
Par contre si la tension d'excitation n'est plus sinusoïdale, mais un signal dont le spectre occupe un large intervalle de fréquences, la solution est alors unique.

En attribuant l'indice I à l'inconnue et l'indice 2 à l'étalon on a alors :

$\Delta V = 0$ si et seulement si :

$G_1 = G_2$ $\qquad$ $R_1 = R_2$

$C_1 = C_2$ $\qquad$ $\gamma_1 = \gamma_2$

En effet en utilisant les notations du calcul opérationnel :

$$Y_1 = Y_2 \quad \Rightarrow$$

$$G_1 + p\,\gamma_1 + \frac{pC_1}{1+pC_1R_1} = G_2 + p\gamma_2 + \frac{pC_2}{1+pC_2R_2}$$

soit :

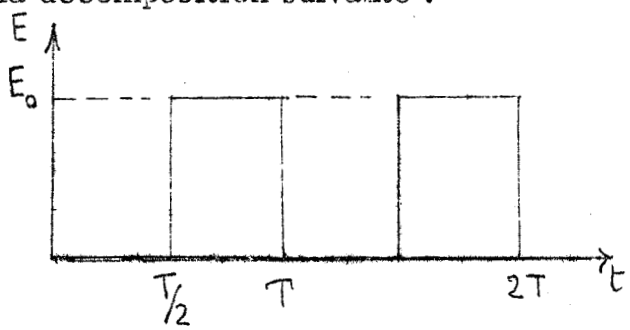
$$(G_1 - G_2) + p(\gamma_1 - \gamma_2) + p\left(\frac{C_1}{1+pC_1R_1} - \frac{C_2}{1+pC_2R_2}\right) = 0$$

quelque soit la valeur de p .

Il est évident que cette identité n'est possible que si les relations ci-dessus sont vérifiées/

Comme signal d'excitation on utilise une tension dont le spectre en fréquence est aussi riche que possible, en l'occurence des impulsions rectangulaires dont le temps de montée est très bref. Nous verrons page 12 que l'utilisation d'un tel signal n'entraine aucune indétermination.

Pour une tension rectangulaire, le développement en série de Fourier conduit à la décomposition suivante :



$$E(t) = E_0\left[\frac{1}{2} - \frac{2}{\pi}\sum_{n=0}^{\infty}\frac{\sin\frac{2(n+1)\pi}{T}t}{n+1}\right] \qquad (I-7)$$

En fait, le signal n'est pas rigoureusement rectangulaire, le temps de montée étant de 0,02μ sec. Le taux d'harmoniques est de ce fait moins élevé que dans la formule (I-7).

En pratique, l'harmonique 30MHz constitue la limite supérieure utilisable Pour une fréquence de récurrence de 50kHz, cela correspond, en appliquant la formule (I-7), à l'harmonique de rang 600.

Le générateur utilisé (générateur d'impulsions Férisol type 201 A) fournit des impulsions dont le taux de répétition, la largeur et l'amplitude sont largement variables :

- fréquence de récurrence continuement variable de 10Hz à 100kHz
- largeur 0,05μsec à 1 msec
- amplitude 0,067 à 60 volts

De ce fait dans la bande de fréquences où les mesures sont possibles ces paramètres peuvent être choisis de telle sorte que la partie intéressante du domaine de relaxation soit couverte par les harmoniques du signal.

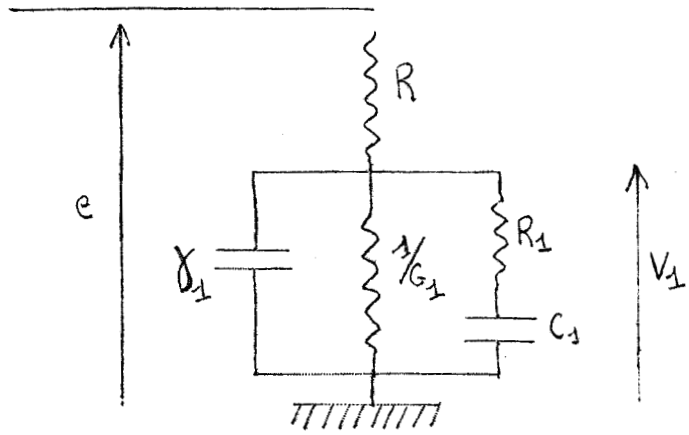
3) ETUDE THEORIQUE DE LA REPONSE DU COMPARATEUR

Pour déterminer les variables R, C, G et γ il faut trouver un équilibre unique, c'est-à-dire obtenir à la sortie du comparateur une tension $\Delta v = v_1 - v_2$ nulle, et cela d'une seule manière possible.

Nous allons montrer que l'observation à l'oscilloscope de la tension Δv permet de connaître pour chaque variable, le sens du déséquilibre et de ce fait d'ajuster rapidement les éléments variables du circuit équivalent aux valeurs assurant l'équilibre.

a) Mise en équation

Nous utilisons le calcul opérationnel.



en posant : $y_1 = G_1 + p\gamma_1 + \dfrac{1}{R_1 + \dfrac{1}{pC_1}}$ $\qquad v_1 = e \dfrac{1}{1 + Ry_1}$

on a donc :

$$V_1 = e \frac{1}{1 + R \dfrac{p^2 \gamma_1 R_1 C_1 + p(\gamma_1 + C_1 + R_1 C_1 G_1) + G_1}{1 + p C_1 R_1}}$$

Pour faciliter les calculs on introduit les paramètres :

$$\alpha_1 = \frac{1}{R_1 C_1} \qquad \beta_1 = \frac{1}{\gamma_1 R} \qquad \delta_1 = \frac{1}{\gamma_1 R_1} \qquad \lambda_1 = \frac{G_1}{\gamma_1} \qquad \mu_1 = \beta_1 + \lambda_1$$

Finalement v_1 a pour expression :

$$V_1 = e\, \beta_1 \frac{p + \alpha_1}{p^2 + p(\alpha_1 + \beta_1 + \lambda_1 + \delta_1) + \alpha_1(\beta_1 + \lambda_1)}$$

Le discriminant du dénominateur est :

$$\Delta = (\alpha_1 + \delta_1 + \beta_1 + \lambda_1)^2 - 4\alpha_1(\beta_1 + \lambda_1)$$

$$\Delta = \delta_1^2 + 2\delta_1(\alpha_1 + \mu_1) + (\alpha_1 - \mu_1)^2 \geqslant 0$$

$\Delta \geqslant 0 \Rightarrow$ les racines du dénominateur sont réelles et toutes deux négatives puisque le coefficient de p est positif,

Soient $-\alpha'_1$ et $-\alpha''_1$ ces racines, avec $0 \leqslant \alpha'_1 \leqslant \alpha''_1$

b) <u>Décomposition en éléments simples</u>

Le dénominateur D peut se mettre sous la forme :

$$D = (p + \alpha'_1)(p + \alpha''_1)$$

En prenant comme tension d'excitation $e = \frac{E_o}{p}$ (échelon unité)

$$V_1 = \frac{E_o}{p} \frac{p + \alpha_1}{(p+\alpha'_1)(p+\alpha''_1)} = E_o \left[\frac{A}{p} + \frac{B}{p+\alpha'_1} + \frac{C}{p+\alpha''_1} \right]$$

$$A = \left[\frac{p + \alpha_1}{(p+\alpha'_1)(p+\alpha''_1)} \right]_{p=0} = \frac{\alpha_1}{\alpha'_1 \alpha''_1}$$

$$B = \left[\frac{p + \alpha_1}{p(p+\alpha''_1)} \right]_{p=-\alpha'_1} = \frac{\alpha_1 - \alpha'_1}{\alpha'_1(\alpha'_1 - \alpha''_1)}$$

$$C = \left[\frac{p+\alpha_1}{p(p+\alpha'_1)} \right]_{p=-\alpha''_1} = \frac{\alpha_1 - \alpha''_1}{\alpha''_1(\alpha''_1 - \alpha'_1)}$$

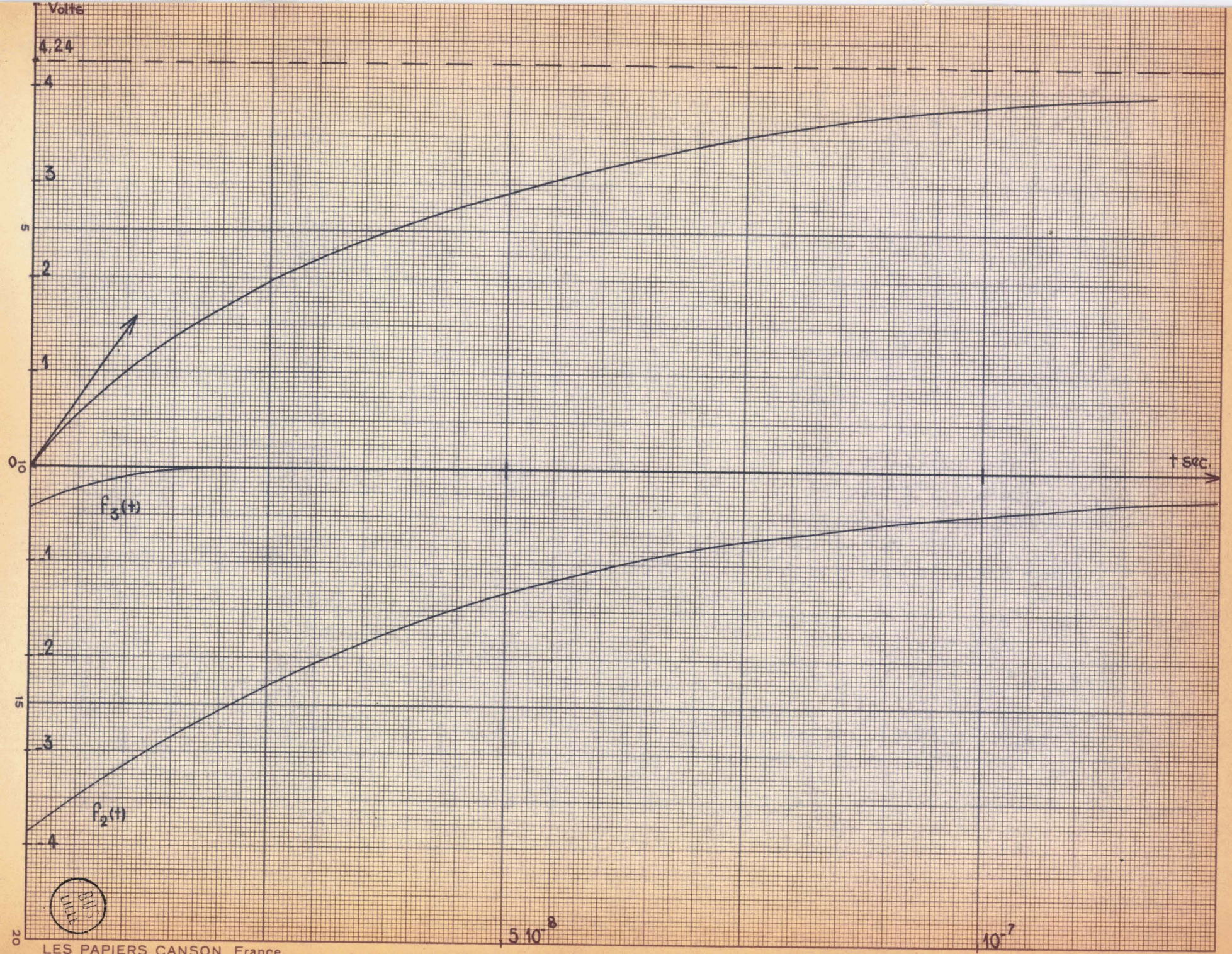
or :

$$\alpha'_1 \alpha''_1 = \alpha_1 (\beta_1 + \gamma_1) = \alpha_1 \mu_1 \Rightarrow A = \frac{1}{\mu_1}$$

On a donc immédiatement la fonction originale :

$$v_1(t) = E_o \frac{\beta_1}{\mu_1} + E_o \frac{\beta_1}{\alpha''_1 - \alpha'_1} \left[\frac{\alpha'_1 - \alpha_1}{\alpha'_1} e^{-\alpha'_1 t} + \frac{\alpha_1 - \alpha''_1}{\alpha''_1} e^{-\alpha''_1 t} \right]$$

régime permanent — régime transitoire



LES PAPIERS CANSON France

Dans la deuxième branche où l'on a la cellule remplie de diélectrique, on prend les mêmes notations avec l'indice 2.

L'information recueillie à la sortie du comparateur $v(t) = v_1(t) - v_2(t)$ est donc parfaitement connue.

Afin de montrer la forme de la réponse, nous avons calculé $v_1(t)$ dans l'application numérique suivante :

$\gamma_1 = 100pF \quad C_1 = 50pF \quad I/G_1 = 500\Omega \quad R_1 = 20\Omega \quad R = 68\Omega \quad E_o = 10V$

L'expression de $v_1(t)$ est alors :

$$v_1(t) = 4,24 - 3,83\, e^{-0,213.10^8 t} - 0,41\, e^{-1,63.10^8 t}$$

Nous avons tracé sur un même graphique :

$$f_1(t) = 4,24 \qquad f_2(t) = -3,83 e^{-0,213.10^8 t} \qquad f_3(t) = -0,41 e^{-1,63.10^8 t}$$

et la courbe résultante $v_1(t)$.

c) <u>Valeurs particulières de $\Delta v(t)$</u>

- <u>Valeur à l'origine</u> :

Au temps t = 0, la tension $v_1(t)$ a pour expression :

$$v_1(o) = E_o \frac{\beta_1}{\mu_1} + \beta_1 E_o \frac{1}{\alpha''_1 - \alpha'_1} \left[1 - \frac{\alpha 1}{\alpha'_1} + \frac{\alpha 1}{\alpha''_1} - 1 \right]$$

Soit :

$$v_1(o) = E_o \; \beta_1 \left(\frac{1}{\mu_1} - \frac{1}{\mu_1} \right) = 0$$

Il en est de même pour $v_2(o)$ et l'on a donc :

$$\Delta v(o) = o$$

- Limite quand $t \longrightarrow \infty$

En fait, dès que $t \gg \max.\left(\frac{1}{\alpha'_1}, \frac{1}{\alpha''_1}, \frac{1}{\alpha'_2}, \frac{1}{\alpha''_2}\right)$ seul le régime permanent est à considérer et physiquement, on peut admettre que $t \neq \infty$. Si on utilise comme signal d'excitation une impulsion rectangulaire, il suffit que sa largeur τ soit suffisante.

Le régime permanent s'écrit :

$$\Delta V(\infty) = E_o\left(\frac{\beta_1}{\mu_1} - \frac{\beta_2}{\mu_2}\right) = E_o \left[\frac{\frac{1}{\gamma_1 R}}{\frac{1}{\gamma_1 R} + \frac{G1}{\gamma 1}} - \frac{\frac{1}{\gamma_2 R}}{\frac{1}{\gamma_2 R} + \frac{G2}{\gamma 2}}\right]$$

Soit :

$$\Delta V(\infty) = E_o \left[\frac{1}{1+G_1 R} - \frac{1}{1+G_2 R}\right]$$

Ce terme ne dépend que des conductances G_1 et G_2. On a donc un moyen facile pour déterminer l'équilibre en conductance : il suffit de connaître le signe de la tension de déséquilibre $\Delta V(\infty)$

$$\boxed{\Delta V(\infty) \begin{cases} > 0 & G_1 < G_2 \\ 0 & G_1 = G_2 \\ < 0 & G_1 > G_2 \end{cases}}$$

- Réponse autour de l'origine

Calculons les dérivées première et seconde de $\Delta v(t)$

$$\frac{d v_1}{d t} = \frac{\beta_1 E_o}{\alpha''_1 - \alpha'_1}\left[(\alpha_1 - \alpha'_1) e^{-\alpha'_1 t} + (\alpha''_1 - \alpha_1) e^{-\alpha''_1 t}\right]$$

$$\frac{d^2 v_1}{d t^2} = \frac{\beta_1 E_o}{\alpha''_1 - \alpha'_1}\left[\alpha'_1 (\alpha'_1 - \alpha_1) e^{-\alpha'_1 t} + \alpha''_1 (\alpha_1 - \alpha''_1) e^{-\alpha''_1 t}\right]$$

A l'origine :

$$\left(\frac{d\,v_1}{d\,t}\right)_{t=0} = \frac{\beta_1 E_0}{\alpha''_1 - \alpha'_1}\left(\alpha''_1 - \alpha'_1\right) = \beta_1 E_0$$

Donc :

$$\left(\frac{d\,\Delta V}{d\,t}\right)_{t=0} = \left(\frac{d\,v_1}{d\,t}\right)_{t=0} - \left(\frac{d\,v_2}{d\,t}\right)_{t=0} = E_0\left(\beta_1 - \beta_2\right) = \frac{E_0}{R}\left(\frac{-1}{\gamma_1} - \frac{1}{\gamma_2}\right)$$

La pente à l'origine ne dépend donc que du déséquilibre en capacité :

$$\boxed{\text{Pente}\begin{cases} > 0 & \gamma_1 < \gamma_2 \\ 0 & \gamma_1 = \gamma_2 \\ < 0 & \gamma_1 > \gamma_2 . \end{cases}}$$

Exprimons la valeur de la dérivée seconde au temps t = 0

$$\left(\frac{d^2 v_1}{dt^2}\right)_{t=0} = \frac{\beta_1 E_0}{\alpha''_1 - \alpha'_1}\left(\alpha'^2_1 - \alpha_1\alpha'_1 + \alpha_1\alpha''_1 - \alpha''^2_1\right) = \beta_1 E_0 \left[\alpha_1 - (\alpha'_1 + \alpha''_1)\right]$$

$$\left(\frac{d^2 \Delta V}{dt^2}\right)_{t=0} = \beta_1 E_0 \left[\alpha_1 - (\alpha'_1 + \alpha''_1)\right] - \beta_2 E_0 \left[\alpha_2 - (\alpha'_2 + \alpha''_2)\right]$$

or :

$$\alpha'_1 + \alpha''_1 = \alpha_1 + \mu_1 + \delta_1 \qquad \alpha'_2 + \alpha''_2 = \alpha_2 + \mu_2 + \delta_2$$

L'équilibre étant réalisé en G et en γ ce qui est possible en suivant les indications précédentes :

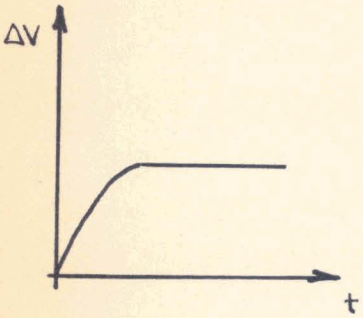
$$\beta_1 = \beta_2 = \beta \qquad \mu_1 = \mu_2 = \mu$$

$$\left(\frac{d^2 \Delta V}{dt^2}\right)_{t=0} = \beta E_0 (-\delta_1 + \delta_2) = \beta E_0 \frac{1}{\gamma}\left(\frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1}\right)$$

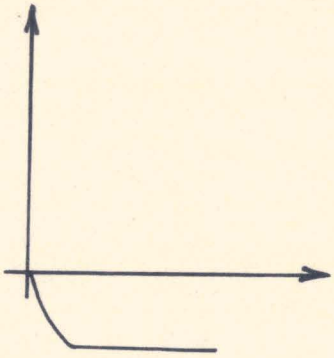
Le signe du désaccord autour de l'origine ne dépend donc que de R_1 et R_2

Différents cas de déséquilibre

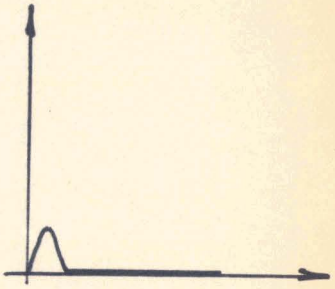
$G_1 < G_2$



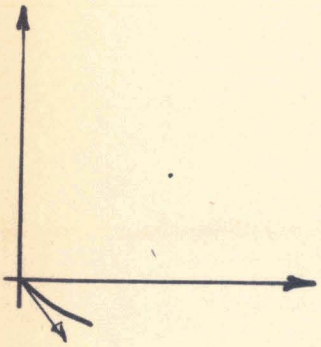
$G_1 > G_2$



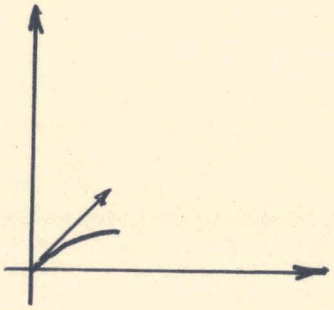
$G_1 = G_2$



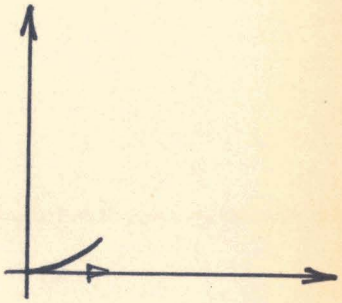
$\gamma_1 > \gamma_2$



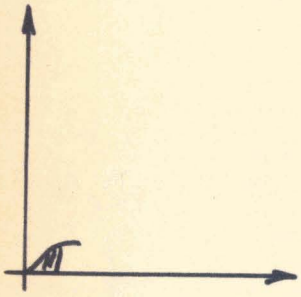
$\gamma_1 < \gamma_2$



$\gamma_1 = \gamma_2$

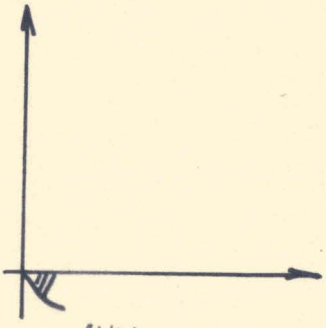


$R_1 > R_2$



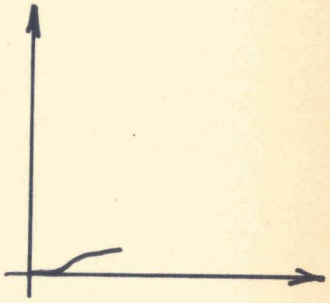
$\Delta V(\varepsilon) > 0$

$R_1 < R_2$



$\Delta V(\varepsilon) < 0$

$R_1 = R_2$



$\Delta V(\varepsilon) = 0$

BUS
LILLE

En effet pour $t = 0$ $\Delta v = 0$ $\frac{d\,\Delta V}{dt} = 0$

si $\frac{d^2\Delta V}{dt^2} > 0$ $\frac{d\,\Delta V}{dt}$ est une fonction croissante autour de l'origine

Etant nulle pour $t = 0$; $\frac{d\Delta V}{dt}$ est donc positive autour de l'origine.

Or, $\frac{d\,\Delta V}{dt} > 0 \Rightarrow \Delta v$ est une fonction croissante. Comme $\Delta v(0) = 0$, ΔV est forcément > 0 autour de l'origine.

Si $\frac{d^2\Delta V}{dt^2} < 0$ on montre de la même manière que cette fois $\Delta V\ (+0) < 0$

$$\boxed{\Delta V(+0)\begin{cases} > 0 & R_1 > R_2 \\ = 0 & R_1 = R_2 \\ < 0 & R_1 < R_2 \end{cases}}$$

Quand l'équilibre est réalisé en G , γ et R l'équilibre en C est immédiat.

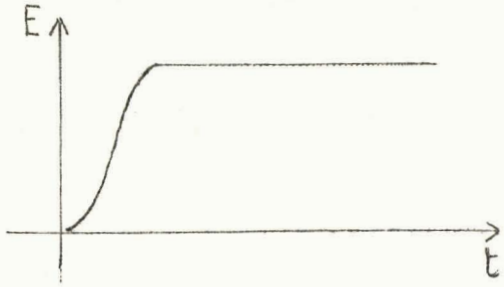
Un tableau récapitulatif des différents cas de déséquilibre résume tous ces résultats.

4 - APPLICATION A LA DETERMINATION DE L'EQUILIBRE

Par le simple examen de la réponse $\Delta v(t)$ à l'oscilloscope, il est facile d'avoir rapidement l'accord.

Cependant en pratique, une telle méthode est beaucoup trop imprécise en ce qui concerne la détermination de γ_1. En effet le signal fourni par le générateur n'est pas rigoureusement rectangulaire : temps de montée, tangente à l'origine pratiquement horizontale.

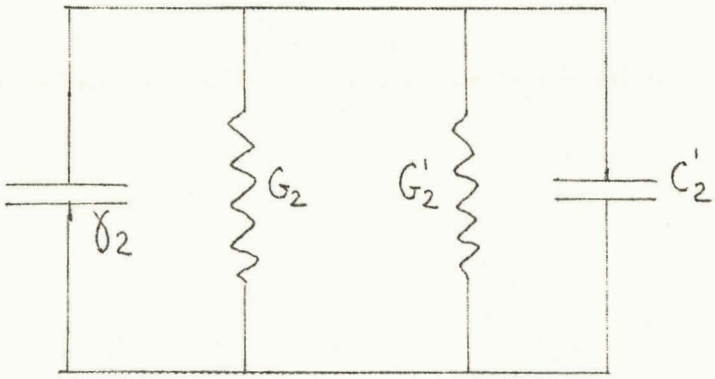
Il est donc particulièrement difficile d'apprécier la tangente à l'origine sur le signal $\Delta v(t)$.



Pour éviter cette imprécision, la variable γ_1 est équilibrée séparément. L'harmonique de fréquence f_o de rang maximum est extraite du signal de sortie Δ v.

Si $f_o \gg f_c$ fréquence critique du dièlectrique étudié, l'amplitude v_o de ce signal ne dépend pratiquement que du déséquilibre en capacité γ .

En effet à une fréquence f fixée, le schéma électrique de la cellule remplie de dièlectrique est :



G'_2 et C'_2 étant les composantes paralléles du dipôle série R_2C_2

$$C'_2 = \frac{C2}{1+1/\Omega^2} \qquad G'_2 = \frac{I/R_2}{I+I/\Omega^2} \quad \text{avec } I/\Omega = \omega R_2C_2$$

si $f \gg f_c$ = $\qquad I/\Omega = \frac{2\pi f}{2\pi f_c} = \frac{f}{fc} \gg 1$ et

$$C'_2 \# \Omega^2 C_2 = \left(\frac{fc}{f}\right)^2 C_2$$

Si à la fréquence f_o on réalise l'équilibre en jouant uniquement sur la capacité γ_1 on a :

$$\gamma_1 = \gamma_2 + \left(\frac{f_c}{f_o}\right)^2 C_2$$

Le terme $\left(\frac{f_c}{f_o}\right)^2$ représente alors l'erreur absolue commise sur la détermination de γ_1.

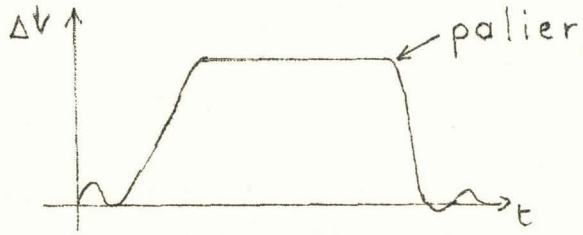
Tant que $\left(\frac{f_c}{f_o}\right)^2 \ll 1$ cette erreur sera négligeable.

En fait, l'erreur commise est en général beaucoup plus faible puisque l'équilibre en γ_1 peut être retouché lorsque toutes autres variables sont équilibrées.

Pour déterminer les paramètres du diélectrique à étudier, la méthode est donc la suivante :

1) La cellule de mesure étant en place, on donne aux impulsions une largeur τ suffisante pour que le régime permanent puisse s'établir.

La tension $\Delta v(t)$ observée à l'oscilloscope montre un palier :



En agissant uniquement sur la variable G_1, on fait disparaître ce palier ($\Delta v(\infty) = 0$)

Donc = $\boxed{G_1 = G_2}$

2) La fréquence de récurrence étant fixée à sa valeur maximum (cette fréquence dépend de la largeur des impulsions : caractéristique interne du générateur), l'amplitude de l'harmonique de fréquence f_o (27MHz) est alors maximum, ainsi que celle de $\Delta v(f_o)$ (meilleure sensibilité).

On annule la tension de déséquilibre $\Delta v(f_o)$ en jouant uniquement sur la capacité γ_1. A l'équilibre :

$$\boxed{\gamma_1 = \gamma_2}$$

3) C_1 ayant une valeur arbitraire, on annule la tension de déséquilibre autour de l'origine (observation à l'oscilloscope). Cet équilibre étant assez flou (cette région est d'une observation difficile), $R_1 \# R_2$

4) On fait varier C_1 jusqu'à annuler au mieux la tension résiduelle.
Il est alors facile d'ajuster R_1 puis C_1 pour que la tension de déséquilibre soit pratiquement nulle.

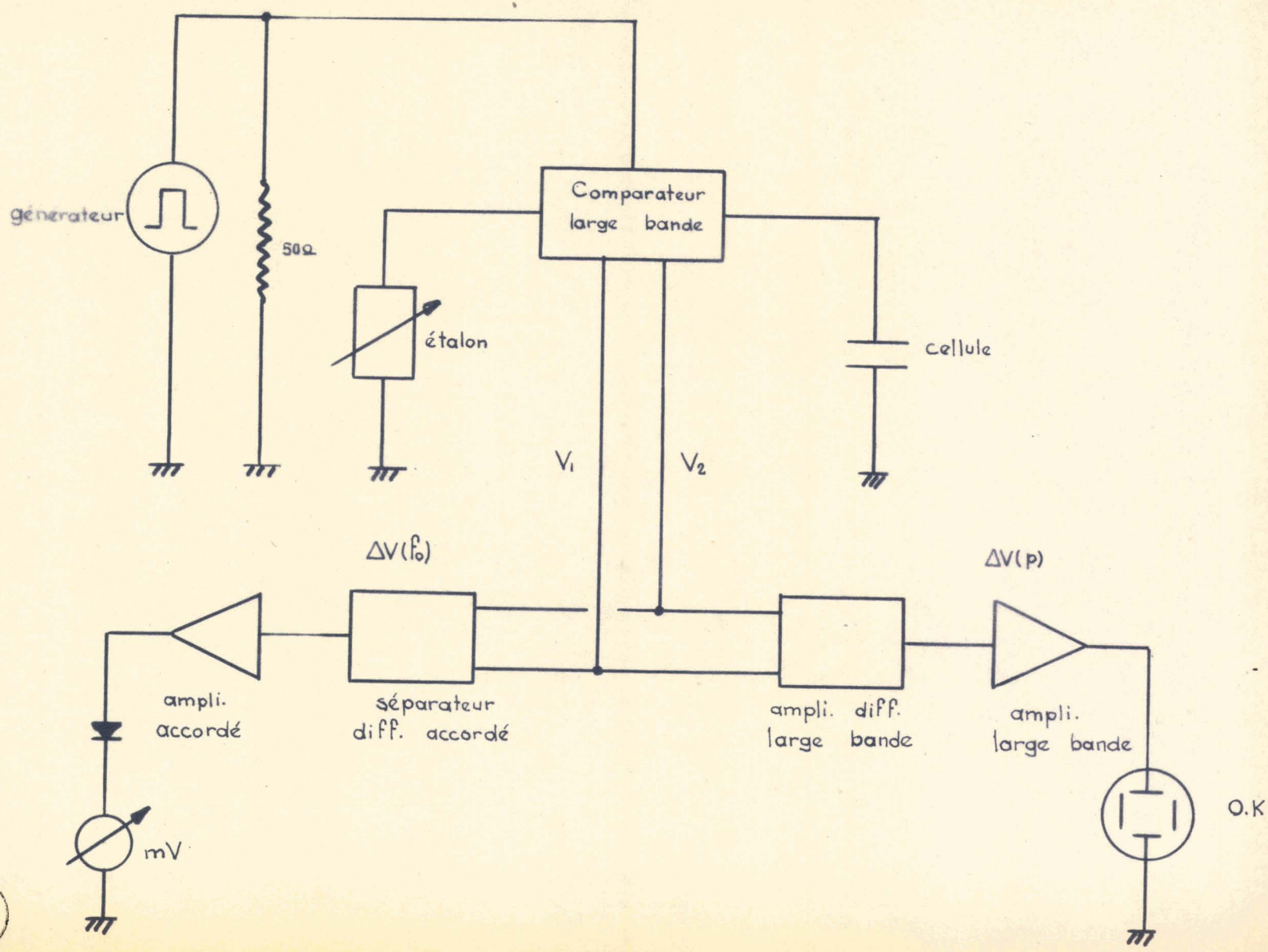


Fig. 1

BUS LILLE

Comparateur à large bande

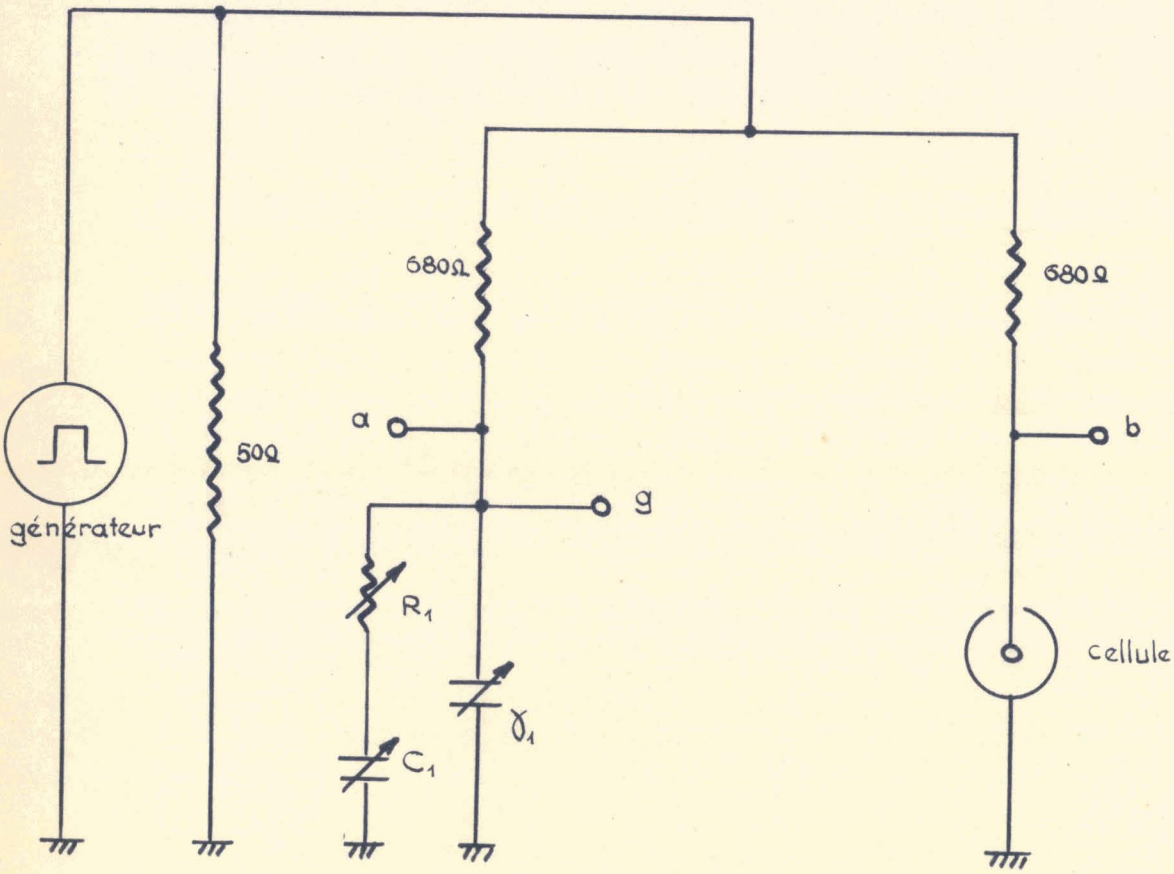


Fig. 2

BUS LILLE

Séparateur large bande

Séparateur différentiel accordé

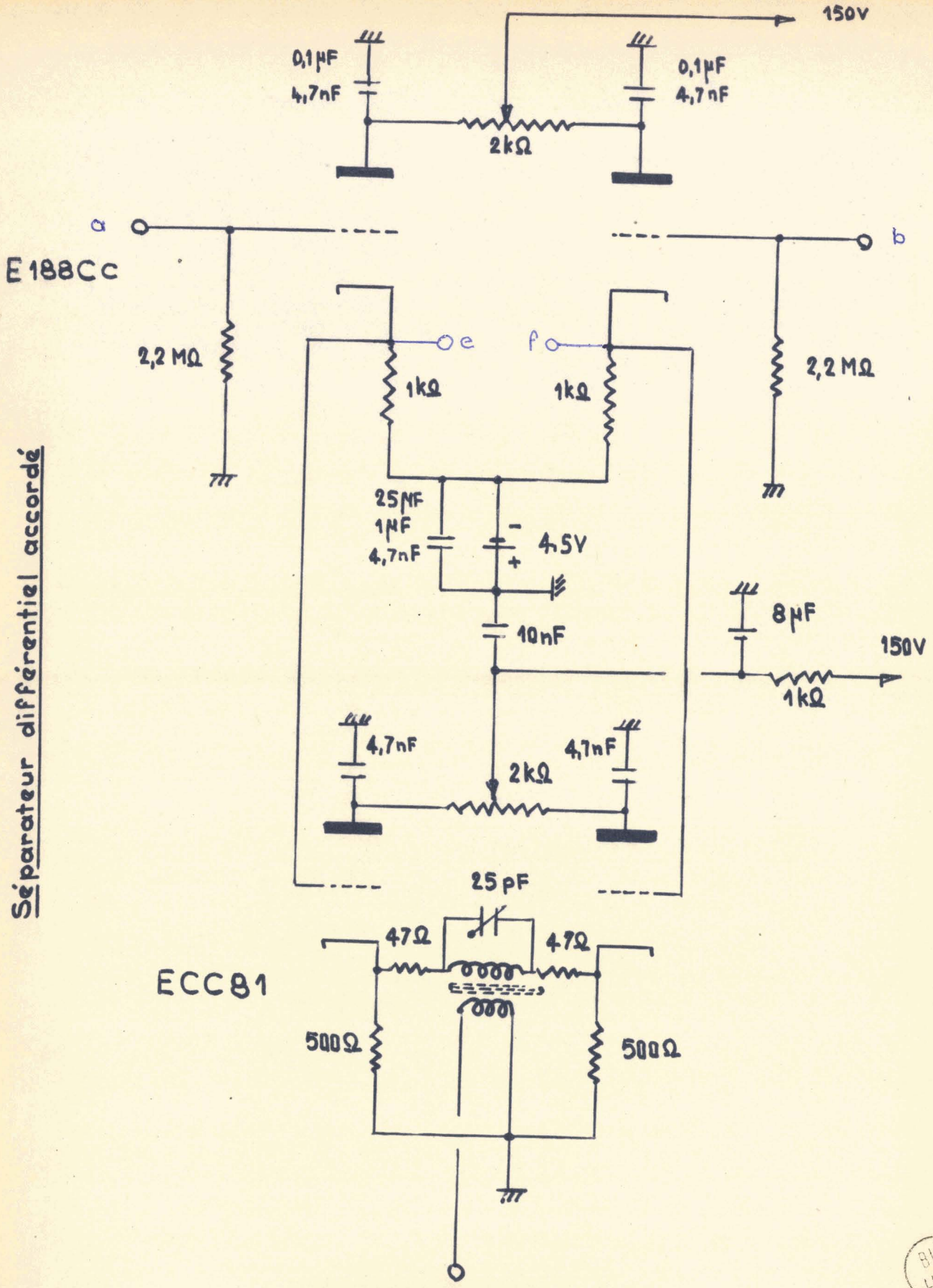


Fig. 3

BUS LILLE

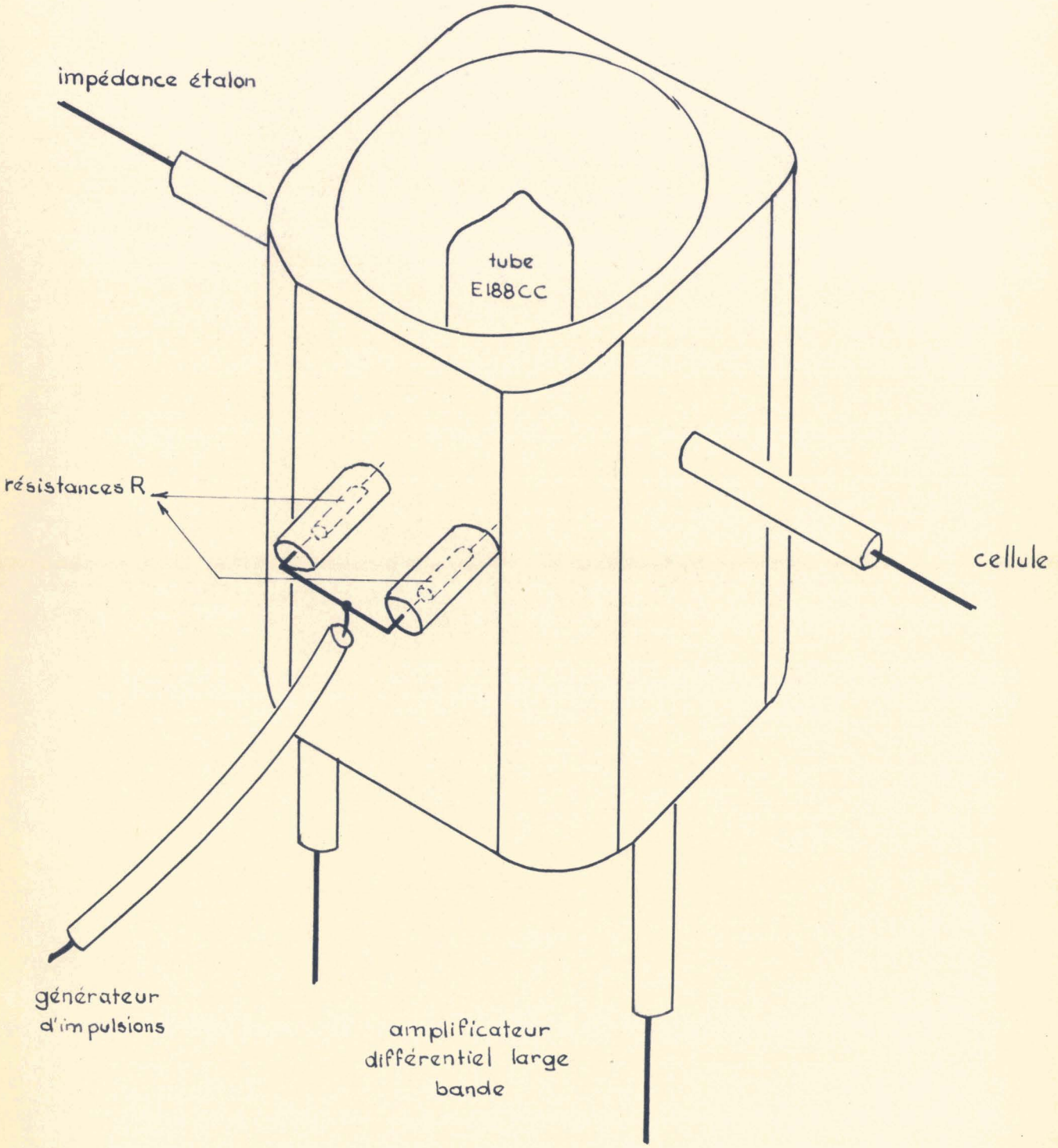
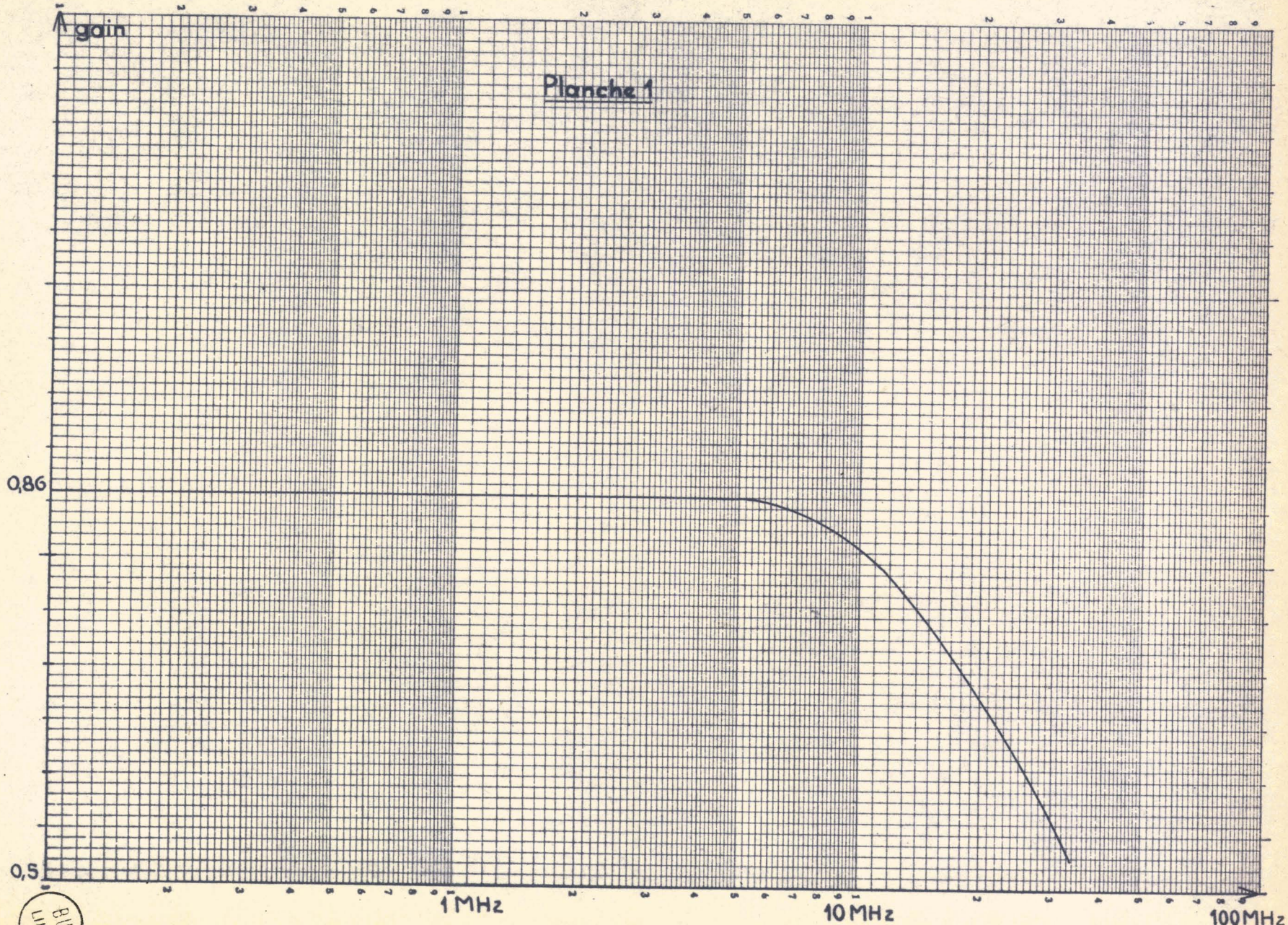


Fig. 3 bis

BUS
LILLE

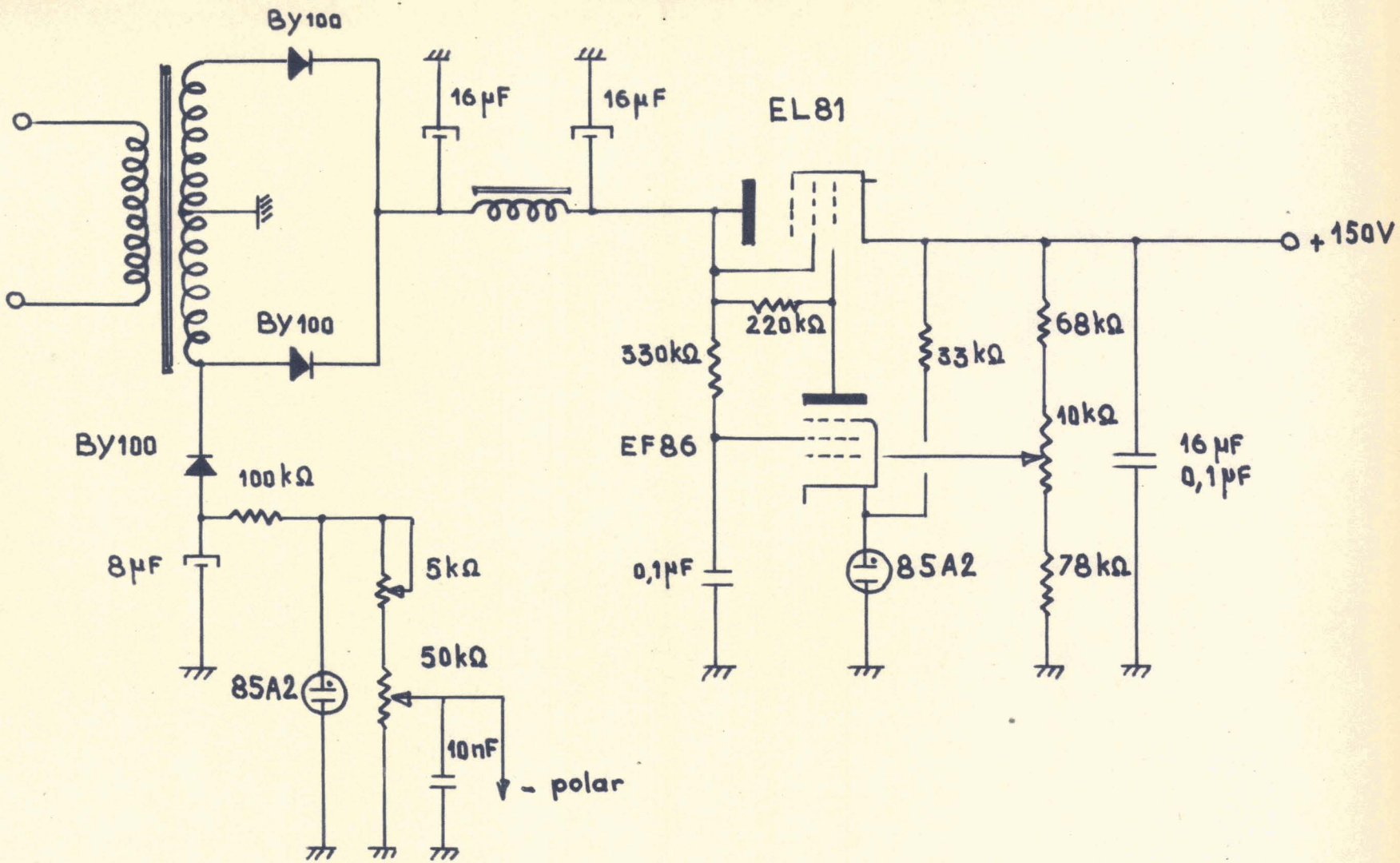
QUADRILLÉ SEMI-LOGARITHMIQUE A 3 MODULES

TOCHON-LEPAGE - PARIS



BUS LILLE

Alimentation



BUS LILLE

II - REALISATION EXPERIMENTALE

Le schéma général du dispositif utilisé est donné à la fig. 1. Le générateur d'impulsions (Férisol type 201A) , adapté par une charge de 50Ω attaque un comparateur à large bande chargé d'une part par la cellule remplie de diélectrique, d'autre part par un circuit électrique (impédance étalon).

Les tensions de sortie sont appliquées :

a) à un amplificateur différentiel à large bande, délivrant la tension $\Delta v = v_1 - v_2$. La tension Δv est après une nouvelle amplification appliquée à un oscilloscope.

b) à un étage séparateur différentiel accordé qui délivre la tension $\Delta v(f_o) = (v_1 - v_2)(f_o)$, tension de déséquilibre pour la fréquence f_o. Cette tension est ensuite amplifiée, détectée et appliquée à un millivoltmètre.

On a ainsi les deux informations nécessaires à la détermination des variables :

- la réponse globale à l'impulsion
- la réponse partielle pour la fréquence f_o

1°) COMPARATEUR A LARGE BANDE

Le comparateur d'impédance est de conception classique (fig. 2). Les résistances R sont appairées : elles sont identiques à mieux que 0,1%. La valeur faible de 680 Ω a été choisie, car pour les mesures qui ont été faites (mélanges de sable et d'eau) les impédances à déterminer avaient des valeurs de cet ordre (sensibilité maximum).

Les tensions de sortie v_1 et v_2 , disponibles en a et b , sont prélevées à l'aide d'un étage séparateur à large bande. Pour éviter les réactions possibles de la sortie sur l'entrée, nous utilisons deux charges cathodiques équilibrées (fig. 3).

Pour augmenter la symétrie et éviter les couplages entre les différentes voies, ce montage a été réalisé dans un cyclindre de laiton les entrées et les sorties étant de type coaxial (fig. 3 bis). Le cablage de cette réalisation présente les particularités suivantes :

- les fils de connexion sont très courts, afin d'éviter les effets de self induction et de capacité.

- les longueurs électriques des bras reliant le comparateur à la cellule d'une part, à l'impédance étalon d'autre part, sont identiques. Cette condition est nécessaire pour que la comparaison soit valable (surtout à la fréquence f_o = 27MHz).

Les tensions v_1 et v_2 disponibles en e et f, sont appliquées ensuite à un amplificateur différentiel à large bande (Tektronix tiroir G). L'amplificateur à large bande qui suit est l'amplificateur de l'oscilloscope (Tektronix type 543, tiroir L).

Performances :

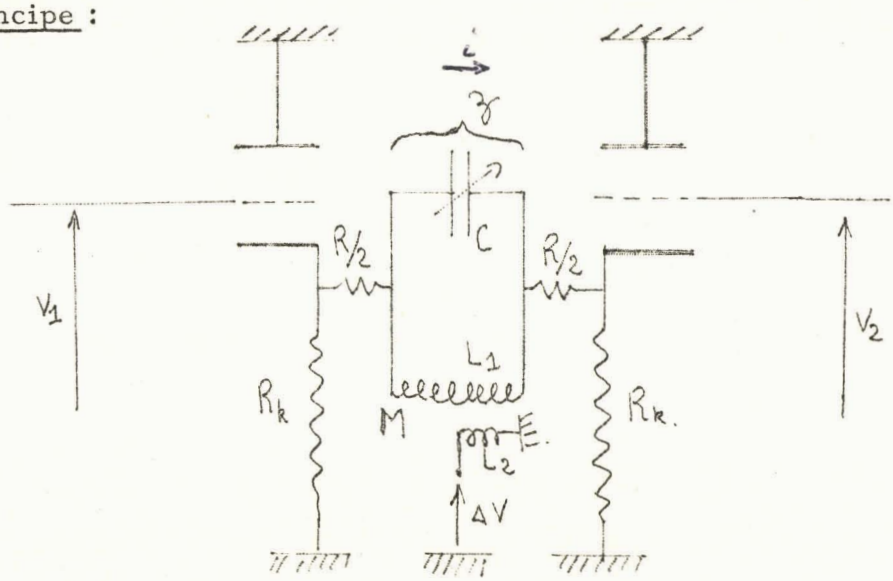
Tous les autres étages étant en place, l'étage séparateur à large bande a un gain de 0,86 et une bande passante à 3dB de 27MHz (voir planche I).

2°) SEPARATEUR DIFFERENTIEL ACCORDE

L'étage différentiel accordé a pour but d'extraire la tension de déséquilibre $\Delta v(f_o)$.

Pour ne pas perturber le fonctionnement de l'étage séparateur à large bande, le montage anode à la masse a encore été choisi (fig. 3).

Principe :



A partir des équations des tubes (supposés identiques), on montre facilement que l'on a :

$$i = \frac{sR_k}{z\left[I + (g+s)\,R_k\right] + 2R_k}\,(v_1 - v_2)$$

avec les notations habituelles :

s : pente du tube

g : conductance interne du tube

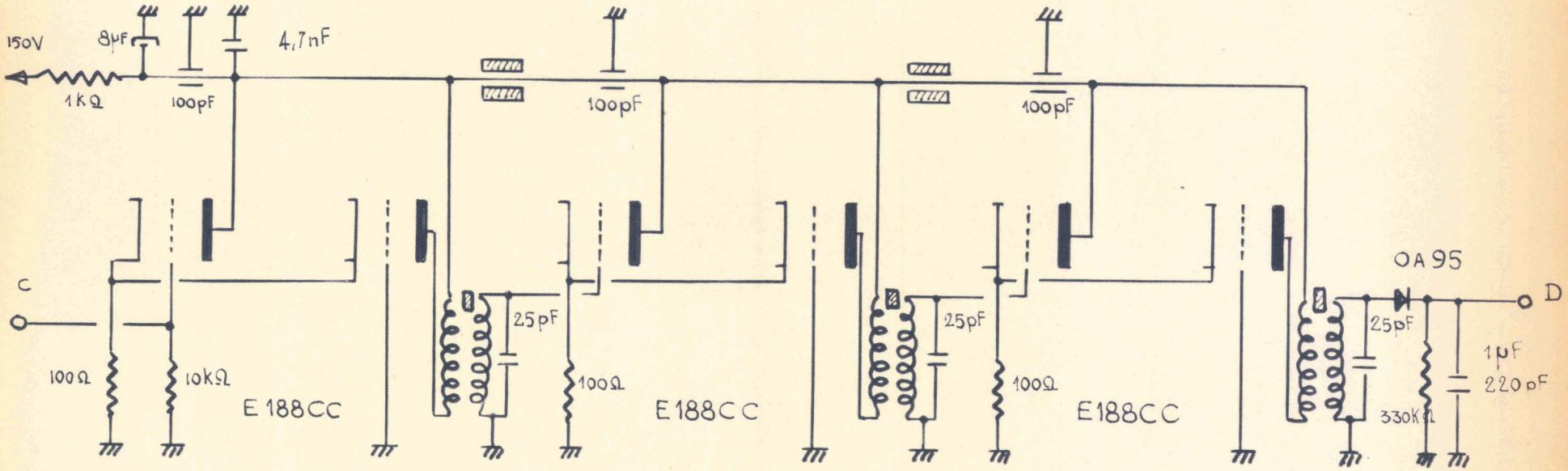
avec $sR_k \gg I$ l'expression ci-dessus se simplifie :

$$i \# \frac{s\,\Delta v}{2+z\,(g+s)}$$

Autour de la résonance l 'impédance z est $\# R + R_p$, R_p étant la résistance paralléle du circuit oscillant $L_I C$. De sorte qu'en posant $\Omega = \frac{R_p}{\omega L_1}$ la tension $\Delta v(f_o)$ prélevée a pour expression :

$$\Delta v\,(f_o) = \frac{j\omega M s \Omega\,\Delta v}{\left[j + \Omega(I - \omega^2 L_I C)\right]\left[2 + (g+s)\,(R+R_p)\right]}$$

Amplificateur accordé



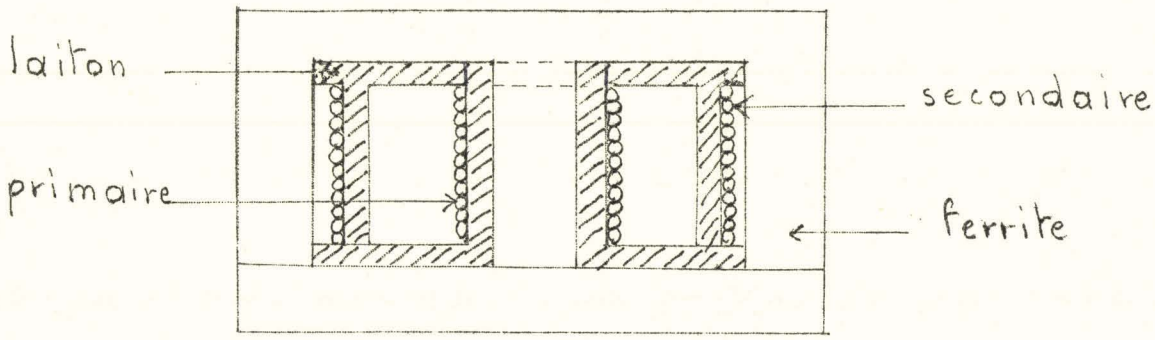
BUS LILLE

Fig. 4

La tension $\Delta v(f_o)$, est donc maximum à la fréquence f_o (courbe de résonance) et est proportionnelle à la différence $\Delta v = v_1 - v_2$. La fréquence qui a été choisie est de 27MHz, fréquence de coupure de l'étage séparateur à large bande.

L'ensemble L_1, L_2 a été réalisé sur un transformateur à ferrite blindé qui permet :

- d'éviter les rayonnements
- une parfaite symétrie, le primaire et le secondaire étant isolés par un anneau de laiton.



Coupe du transformateur

3°) AMPLIFICATEUR ACCORDE

L'amplificateur accordé doit avoir les qualités suivantes :

- grand gain, car le signal $\Delta v(f_o)$ est très faible ($\leqslant$ 0, 1mV)
- grande impédance d'entrée pour ne pas perturber le fonctionnement du séparateur différentiel accordé.
- très grande stabilité, car il ne fonctionne pas de manière continue, mais est excité par des trains de sinusoïdes, correspondant aux fronts de montée et de descente des impulsions du signal d'excitation (photo I)

Pour ces différentes raisons et pour sa simplicité, le montage cascode paralléle a été choisi.

On a trois étages identiques, montés en cascade, séparés les uns des autres par blindages (fig. 4)

Performances :

En régime sinusoïdal permanent, le gain est de 15 000 et la bande passante à 3dB de 100kHz, pour une fréquence centrale de 27MHz. L'ensemble séparateur différentiel accordé, amplificateur accordé posséde un facteur de réjection $\geqslant$ 1 500.

L'indication fournie par le millivoltmètre, proportionnelle au déséquilibre à la fréquence f_o, est de ce fait assez précise :

de 2mV/pF à 5mV/pF

4°) IMPEDANCE ETALON

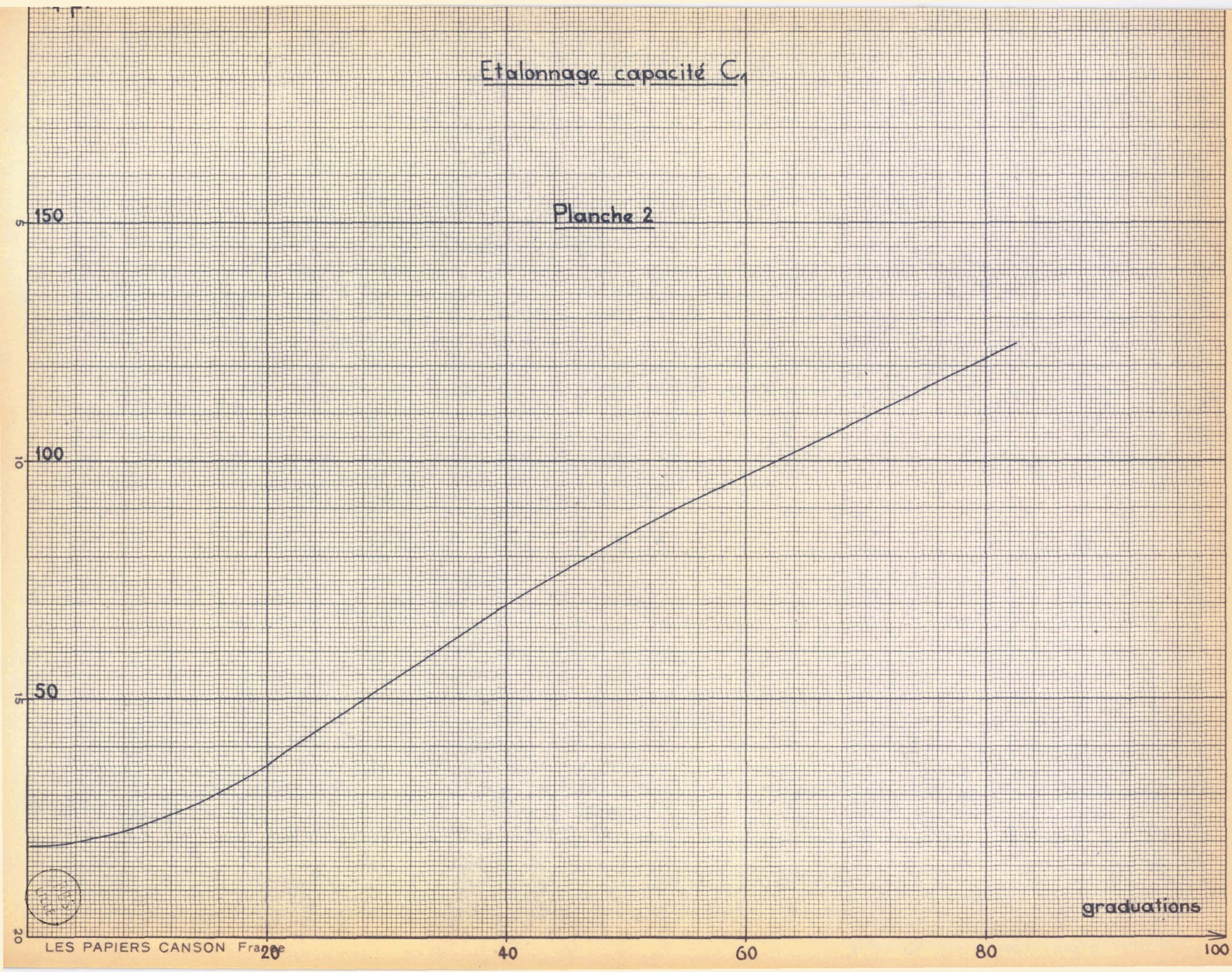
L'impédance étalon représente le dipôle équivalent au diélectrique à étudier. Ses élèments doivent donc pouvoir être connus avec le maximum de précision et surtout être parfaitement définis à toutes fréquences $\leqslant$ 27MHz.

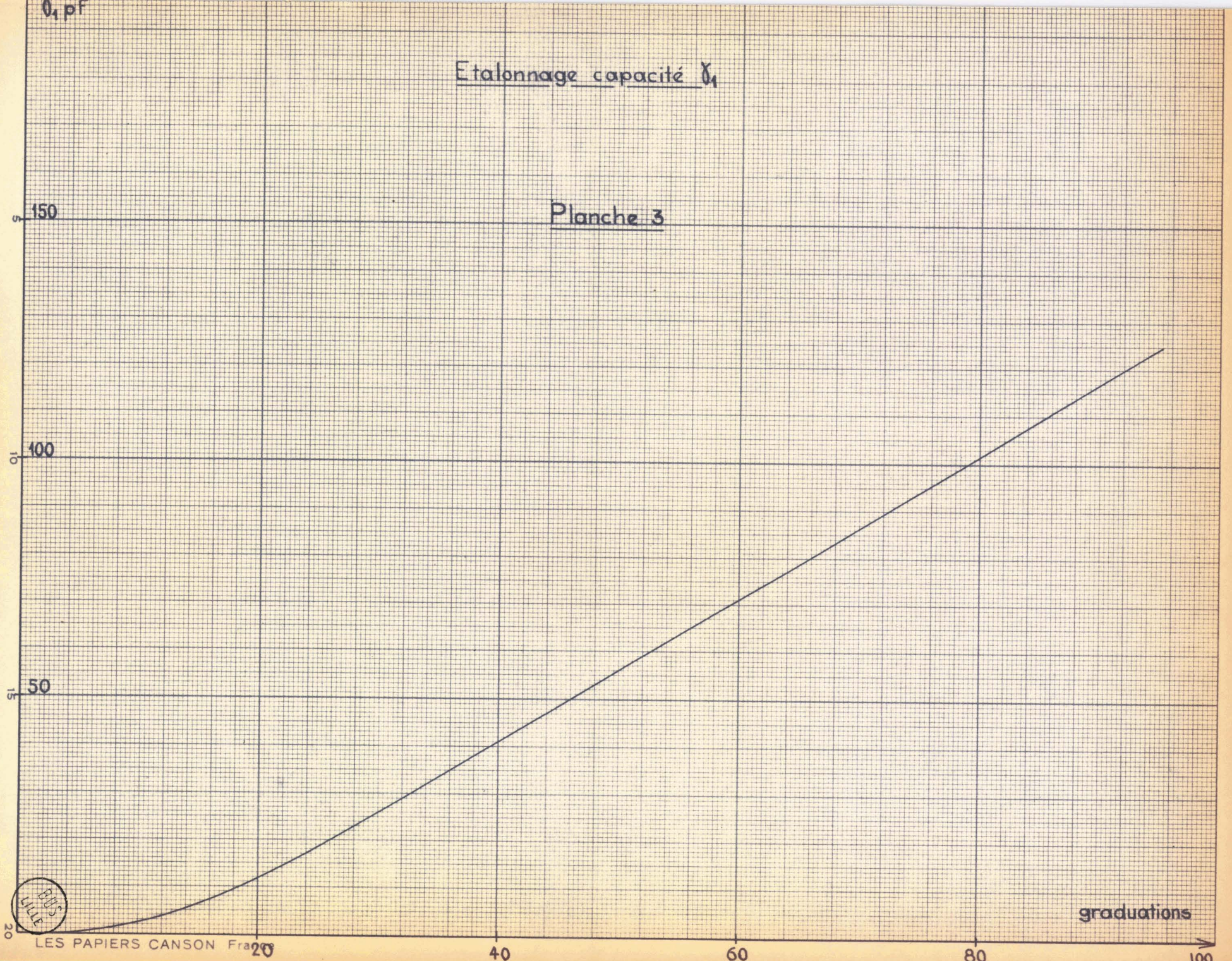
Sa réalisation a de ce fait posé des problèmes qui ne sont que partiellement résolus : la valeur des élèments varie d'une part avec la fréquence (de 0 à 27MHz), d'autre part, dans une faible proportion avec l'amplitude du signal appliqué.

Or le signal d'excitation, présentant un temps de montée très bref est la somme d'un grand nombre de signaux élèmentaires de fréquence et d'amplitude toutes différentes.
Une certaine imprécision est à prévoir dans la détermination des élèments de l'impédance étalon.

a) capacités

Les capacités utilisées sont des condensateurs variables à air. Aréna type C.T.L. définis jusqu'à la fréquence de 200MHz.
La disposition et le cablage des ces élèments ont été particulièrement étudiés pour supprimer tout effet de self dans la bande de fréquence utilisée.


Etalonnage capacité C1
Planche 2
150
100
50
graduations
20
40
60
80
100
LES PAPIERS CANSON France



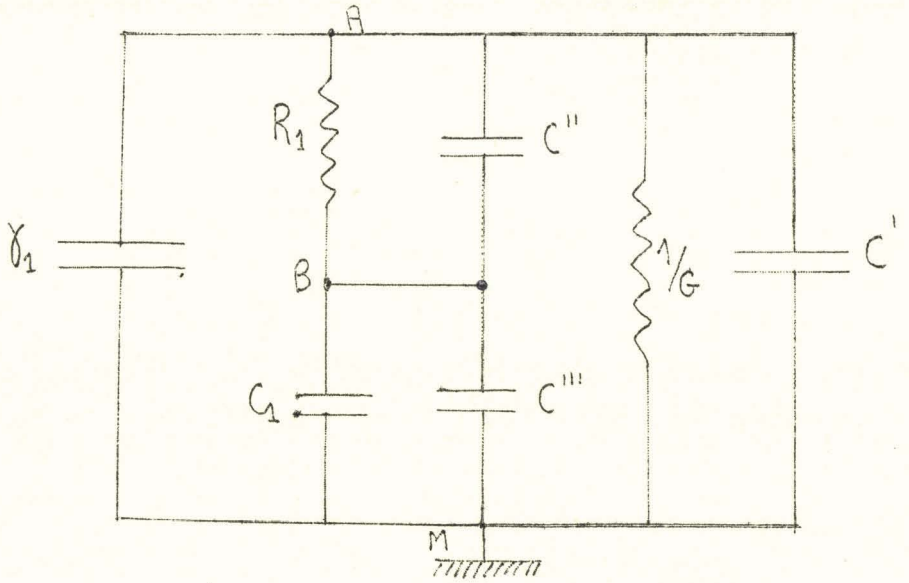
BUS LILLE

LES PAPIERS CANSON France

Les étalonnages faits en régime sinusoïdal (27MHz) et en impulsions ne montrent pas de différences appréciables.
Les capacités sont les élèments qui sont déterminés avec le plus de précision.
Les courbes d'étalonnage sont données aux planches 2 et 3. Dans le tracé de ces courbes nous avons tenu compte des capacités parasites dues aux condensateurs eux-mêmes et au cablage.

b) <u>résistances</u>

Les résistances sont des élèments assez mal définis, principalement à cause des impédances parasites qu'elles présentent (self ou capacité).
Des résistances subministures de très faibles dimensions ont été choisies, justement à cause de leur capacité parasite réduite. Cependant l'erreur due à ces élèments s'est révélée importante. Le schéma de l'impédance étalon se présente sous la forme :



Les capacités parasites C' et C'', à condition de rester constantes, ne sont pas génantes, car elles sont en parallèle sur les élèments γ_1 et C_1 de même nature. Il suffit donc d'en tenir compte dans l'étalonnage.

Par contre, la capacité C" introduit systématiquement une erreur sur la détermination de R_1.

Un exemple numérique le montre clairement :

$$\text{pour } C'' = 1\text{pF} \quad \text{à } 30\text{MHz} \quad \frac{I}{C''\,\omega} = 5\,000\Omega$$

si $R_1 = 1k\Omega$ l'impédance équivalente au dipôle parallèle $R_I C''$ est :

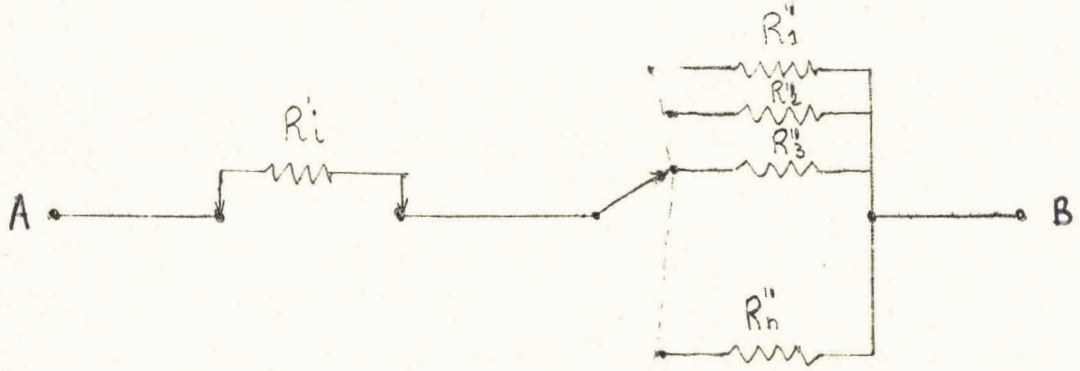
$$Z = \frac{50\,000}{6\,000} = 820\Omega \quad \text{et} \quad \frac{R_I - Z}{R_I} = 18\%$$

Remarque :

Nous avons placé R_1 entre A et B et non entre B et M. Ce choix se justifie : avec un cablage bien réalisé, la capacité C" est pratiquement la capacité parasite présentée par la résistance R_I et sa monture (nous avons utilisé des résistances qui dans la gamme O-30MHz restent capacitives).

Cette capacité est toujours relativement faible (0,2pF à 0,5pF).
Par contre C"' est beaucoup plus élevée (quelques pF), quelque soit l'impédance placée entre B et M, car cette capacité se produit entre un point "chaud" et la masse.

Nous avons d'ailleurs minimisé l'erreur due à C", en prenant pour R_1 non pas une résistance unique, mais deux résistances placées en série.



Rotacteur Contacteur

Cette disposition permet en outre d'ajuster plus finement R_I, puisque nous disposons de deux décades :

- R_I varie de 100Ω à 1 200Ω
- R''_I varie de 10Ω à 150Ω

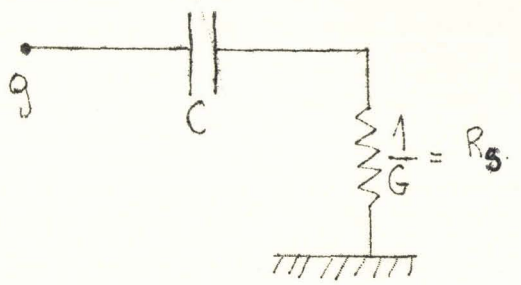
En plus R_1 peut prendre les valeurs O (court-circuit) et ∞ (circuit ouvert).

La variation d'un plot à un autre (variation de R''_1) étant inférieure à l'erreur de détermination commise, R_I peut ^etre connue d'une manière satisfaisante.

c) Conductance

La conductance variable est formée par l'impédance de sortie d'un étage à charge cathodique dont on fait varier la polarisation (Fig. 5).

Pour ne pas modifier les points de fonctionnement des tubes de l'étage comparateur, nous avons été contraints d'utiliser entre le comparateur et la cathode du tube EC 81 un liaison par capacité :



C est constitué par trois condensateurs placés en paralléle :

25μF chimique (basse fréquence) , 0,1 μF papier (moyenne fréquence);

4,7nF céramique (haute fréquence).

L'impédance vue entre g et masse est donc :

$$z = \frac{I}{G} + \frac{I}{pC}$$

Conductance variable

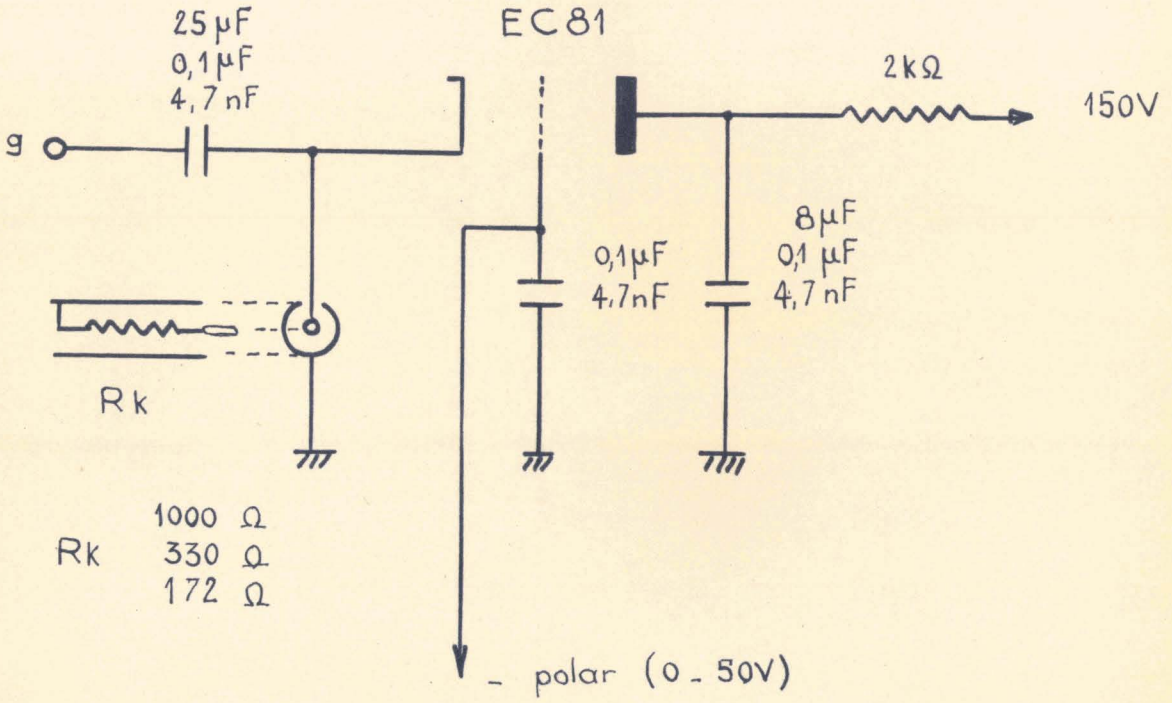
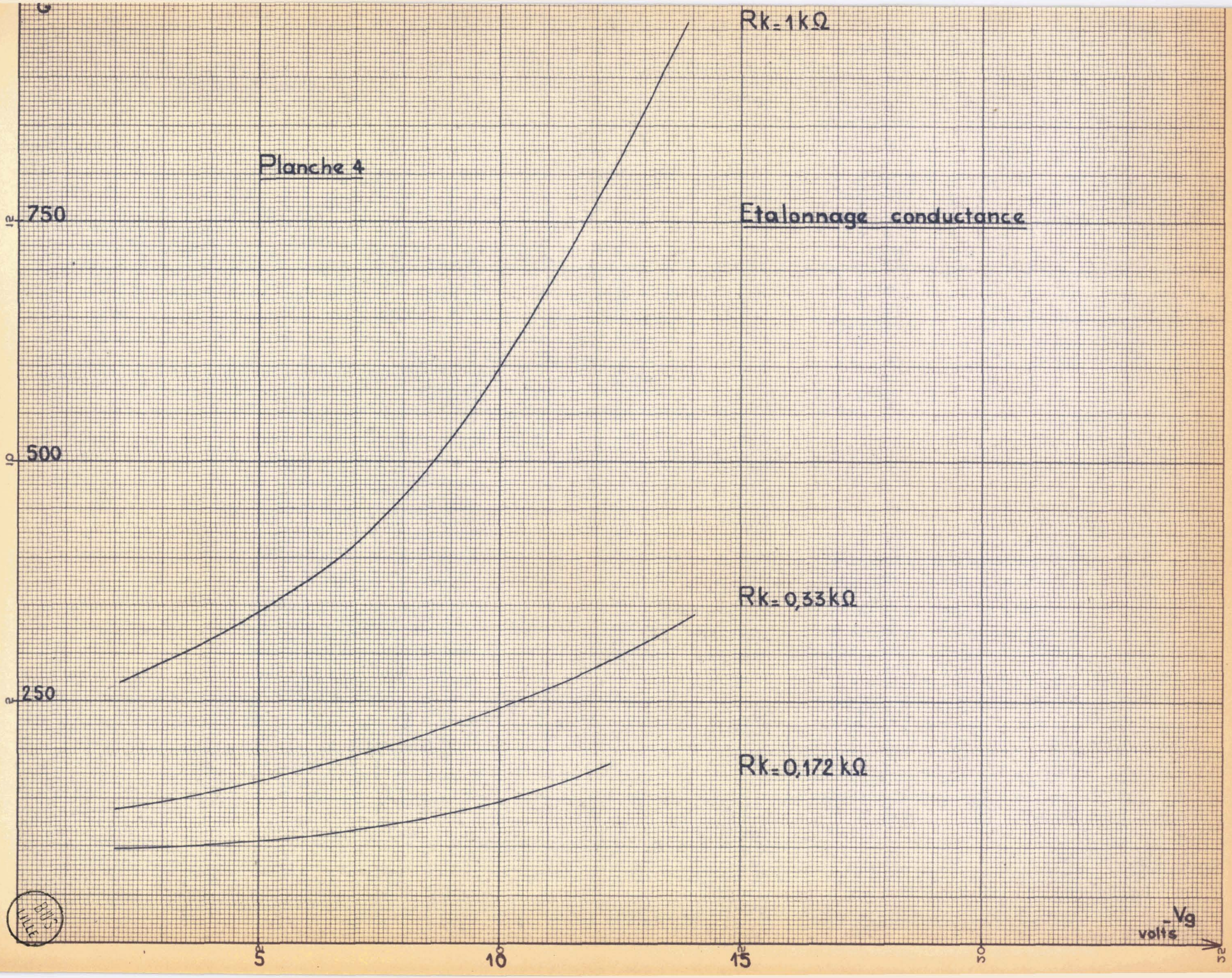


Fig. 5

BUS LILLE


G
Rk = 1 kΩ
Planche 4
750
Etalonnage conductance
500
Rk = 0,33 kΩ
250
Rk = 0,172 kΩ
-Vg
volts
5
10
15
30
32

Pour que cette impédance soit assimililable à une résistance pure, il faut que le terme $\frac{I}{pC}$ soit négligeable devant $\frac{I}{G}$.
La fréquence f_I, la plus basse du signal d'excitation, étant la fréquence fondamentale (fréquence de récurrence), il faut que l'on ait :

$$\frac{I}{2\pi f_I C} \ll \frac{I}{G} = R_s \quad \text{soit} \quad f_I \gg \frac{I}{2\pi \; CR_s}$$

La valeur minimum de R_s étant 90Ω, il faut donc :

$$f_I \gg \frac{I}{2\pi \times 25 \; 10^{-6} \times 90} = 70 \text{ Hz}$$

Les fréquences de récurrence utilisées étant $\gg$ 10kHz, l'admittance entre g et masse est pratiquement G.

La variation de la résistance de sortie s'étend de IkΩ à 90Ω d'une manière continue, en trois gammes (commutation de la résistance de cathode R_k).

Pour les mesures que nous avons faites, cette variation s'est révélée suffisante.
Les courbes d'étalonnage sont données à la planche 4.

5°) PRECISION

Avant d'analyser les différentes causes d'erreur, on peut limiter le probléme en remarquant que l'erreur introduite par le comparateur à large bande est un facteur négligeable, l'étalonnage tenant compte de toute asymétrie possible de ce dispositif.
- pour la variable γ_1 la précision dépend :

a) de la symétrie du transformateur de sortie de l'étage séparateur différentiel accordé.

b) de l'accuité de la réponse de l'ensemble séparateur différentiel accordé, amplificateur accordé.

Le facteur de réjection ($\geqslant$ 1 500) et la sensibilité de l'appareillage rendent le facteur b) négligeable.

Par contre le facteur a) peut intervenir. S'il existe une légère dissymétrie, le millivoltmètre indique une tension nulle pour $\gamma_1 \neq \gamma_2$
La symétrie a été vérifiée de la manière suivante :
L'impédance inconnue étant une capacité pure (quelconque), on équilibre en jouant sur la capacité γ_1 (les autres élèments de l'impédance étalon étant : $G_1 = 0$, $R_1 = \infty$).

Le comparateur à large bande étant pris comme référence, la symétrie est bonne si le millivoltmètre indique une tension nulle en même temps de l'oscilloscope.

Cette opération a été faite sur toute la plage de variation de γ_1
Compte tenu de toutes les causes possibles, l'erreur commise sur la détermination de γ_1 est $\leqslant$ 5%.

- Pour la variable G_1 , la précision est liée à la variation de l'impédance de sortie de l'étage à charge cathodique avec l'amplitude du signal d'excitation (fonctionnement dans les parties non linéaires des caractéristiques du tube).

Pour une amplitude du signal variant de 0 à 5 volts, on ne constate pratiquement aucune variation. Comme une amplitude $\leqslant$ 2 volts est suffisante, l'erreur introduite dépend uniquement de la sensibilité de la chaîne d'amplification (large bande).
L'erreur est ici encore $\leqslant$ 5%.
- Pour les variables R_1 et C_1 il est plus difficile de chiffrer l'erreur commise. Nous avons vu (page 24) l'importance prépondérante de l'impédance parasite introduite par R_1.

La seule méthode possible pour déterminer l'erreur commise sur ces deux variables est de réaliser l'équilibre en prenant comme impédance de référence un dipôle R, C parfaitement co[illegible].
Différents essais montrent que l'erreur est $\leqslant$ [illegible] à 8% pour C_1 et de l'ordre de 10% pour R_1.
En se reportant aux formules :

$$\varepsilon_\infty = \frac{C_1 - C_o}{C_a} \qquad (1\text{-}3)$$

$$\varepsilon_o - \varepsilon_\infty = \frac{C_1}{C_a} \qquad (1\text{-}4)$$

$$\sigma = \frac{G_1 - G_o}{C_a} \qquad (1\text{-}5)$$

ε_∞ et σ seront connus à 5% près et $\varepsilon_o - \varepsilon_\infty$ à 8% près.
Par contre l'erreur commise sur $f_c = \frac{1}{2\pi RC}$ est plus importante : 18% .

III - UTILISATION DU COMPARATEUR POUR L'ETUDE DES PROPRIETES ELECTRIQUES DES MELANGES DE SABLE ET D'EAU

La méthode de mesure que nous proposons ne convient que pour des diélectriques présentant un seul domaine de relaxation de type Debye.

Or les mélanges de sable et d'eau, présentant un phénomène d'hétérogénéité (Maxwell-Wagner), dont le domaine est décrit par des équations de type Debye (tout au moins pour les faibles saturations en eau).

L'étude de ce phénomène a déjà été entreprise, tant aux Laboratoires de Radioèlectricité et Electronique de la Faculté des Sciences de Lille, qu'à l'Institut Français du Pétrole par M. P. SIMANDOUX (3) (4) (5) (6), par la méthode harmonique (mesures en régime sinusoïdal).

Notre procédé de mesure étant différent, il était intéressant de comparer les résultats obtenus :

- tout d'abord pour préciser le champ d'application de notre appareillage
- ensuite pour faire ressortir les avantages que notre réalisation peut apporter : rapidité des mesures, élimination de l'effet de paroi, possibilité de mesurer directement la conductibilité σ due aux porteurs libres.

I - RAPPELS SUR LE PHENOMENE D'HETEROGENEITE

Généralités :

Tout matériau constitué par le mélange de deux phases, l'une diélectrique isolante (ε'_1), l'autre conductrice (ε'_2, σ_2) présente un phénomène d'hétérogénéité (polarisation interfaciale).

Ce phénomène est caractérisé par un domaine de relaxation de type Debye, dont les paramètres dépendent essentiellement de la proportion des phases dans le matériau considéré et de la forme des particules constituant la phase dispersée (conductrice).

Dans le cas des mélanges de sable et d'eau, c'est la proportion de l'eau dans un massif de sable qui conditionne les paramètres

ε_∞, $K = \dfrac{\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty}{\varepsilon_\infty}$, et f_c.

Formules de base :

En assimilant les particules conductrices à des ellipsoides de révolution, identiques, disséminées en faible quantité dans la phase continue (diélectrique), on a les formules suivantes :

$$\varepsilon_\infty = \frac{F\varepsilon'_1 + \varepsilon'_2 + pF(\varepsilon'_2 - \varepsilon'_1)}{F\varepsilon'_1 + \varepsilon'_2 - P(\varepsilon'_2 - \varepsilon'_1)}\,\varepsilon'_1 \qquad \text{(III-1)}$$

$$\tau = \frac{1}{2\pi f_c} = \frac{F\varepsilon'_1 + \varepsilon'_2 - p(\varepsilon'_2 - \varepsilon'_1)}{4\pi\,\sigma_2\,(1-p)} \qquad \text{(III-2)}$$

$$K = \frac{1+Fp}{1-p}\,\frac{\varepsilon'_1}{\varepsilon'_\infty} - 1 = \frac{(F+1)^2\,p\,\varepsilon'_1}{(1-p)\left[F\varepsilon'_1 + \varepsilon'_2 + pF(\varepsilon'_2 - \varepsilon'_1)\right]} \qquad \text{(III-3)}$$

où :

- F est un facteur de forme rendant compte de l'excentricité des ellipsoides (F = 2 pour des sphéres).
- ε'_1 la permittivité (réduite) de la phase isolante (sable).
- ε'_2 la permittivité de la phase conductrice (eau).
- σ_2 la conductibilité de la phase conductrice (eau).
- p un paramètre traduisant la concentration en eau du mélange contenu dans une cellule.

$$p = \frac{\text{volume de l'eau}}{\text{volume de la cellule}}$$

Il est intéressant d'introduire le paramètre S_w déterminé uniquement par les propriétés physiques du mélange, lié au paramètre p par la relation :

$$p = \Phi\, S_w$$

porosité $\Phi = \dfrac{\text{volume des pores}}{\text{volume de la cellule}}$

saturation $S_w = \dfrac{\text{volume de l'eau}}{\text{volume des pores}}$

Les formules précédentes n'ayant de sens que pour p petit, on peut en donner une forme approchée plus simple :

$$\varepsilon_\infty = \varepsilon'_1 \left[1 + (F+1)\, p \, \frac{\varepsilon'_2 - \varepsilon'_1}{F\varepsilon'_1 + \varepsilon'_2} \right] \qquad \text{(III-4)}$$

$$\tau = \frac{F\varepsilon'_1 + \varepsilon'_2}{4\pi\sigma_2} \left[1 + (F+1)\, p \, \frac{\varepsilon'_1}{F\varepsilon'_1 + \varepsilon'_2} \right] \qquad \text{(III-5)}$$

$$K = \frac{(F+1)^2 p\, \varepsilon'_1}{F\varepsilon'_1 + \varepsilon'_2} \left[1 + p \, \frac{2F\varepsilon'_1 - (F-1)\,\varepsilon'_2}{F\varepsilon'_1 + \varepsilon'_2} \right] \qquad \text{(III-6)}$$

<u>Valeur approchée des paramètres</u>

- <u>Fréquence critique</u>

Pour les mélanges de sable et d'eau :

$$\varepsilon'_2 \# 80 \qquad\qquad \varepsilon'_1 \# 2,5$$

On peut donc en première approximation admettre pour f_c :

$$f_c \# \frac{2\sigma_2}{2\varepsilon'_1 + \varepsilon'_2} = \frac{\sigma_2}{40} \qquad \text{(III-7)}$$

Donc la fréquence critique est pratiquement indépendante de la saturation en eau.

Pour $\sigma_2 \# 10^8$ (eau distillée) : $f_c \# 2,5$ MHz

- <u>Amplitude du domaine de relaxation</u>

Pour une fréquence donnée (en régime sinusoïdal), le paramètre $\Delta\varepsilon' = \varepsilon' - \varepsilon'_1$ (ε' étant le terme réel de la permittivité ε^* du mélange, à la fréquence considérée), est pratiquement une fonction quadratique de la saturation S_w.

$$\Delta\varepsilon' = a\, S_w + b\, S^2_w$$

Comme la fréquence critique f_c reste pratiquement constante, on peut admettre sans trop d'erreur qu'il en est de même pour :

$$\Delta \varepsilon'_c = \varepsilon'_c - \varepsilon'_1$$

ε'_c étant la partie réelle de la permittivité ε^* pour la fréquence f_c.
Or, le paramètre ε'_c est directement accessible pour notre méthode, puisque :

$$\varepsilon'_c = \frac{\varepsilon_o - \varepsilon_\infty}{2} + \varepsilon_\infty$$

En se reportant aux formules :

$$\varepsilon_\infty = \frac{\gamma_2 - C_o}{C_a} \qquad \text{(I-3)}$$

$$\varepsilon_o - \varepsilon_\infty = \frac{C_2}{C_a} \qquad \text{(I-4)}$$

On a finalement :

$$\frac{C_2}{2C_a} + \frac{\gamma_2 - C_o}{C_a} - \varepsilon'_1 = a\, S_w + b S^2_w$$

- Conductibilité

Nous n'avons pas deformule théorique donnant la conductibilité σ du mélange en fonction du paramètre p. Cependant, tant que la saturation reste faible, la forme des ellipsoides de la phase conductrice reste constante et tant qu'il n'y a pas d'interaction entre eux (déformations et formation de canaux), on peut s'attendre à ce que la variation soit linéaire. Toute augmentation de la proportion d'eau entraînant seulement une augmentation du nombre des particules conductrices donc de σ.

2 - MESURES ET RESULTATS

a) Les cellules

Nous avons utilisé quatre cellules de capacités actives différentes, afin de rester dans les limites de variation de l'impédance étalon.

En effet (3) :

ε_∞ augmente avec la saturation S_w (fonction parabolique de S_w)
$\varepsilon_o - \varepsilon_\infty$ croit depuis la valeur O ($S_w = 0$) jusqu'à une valeur maximum ($S_w \# 0,3$) pour redécroitre ensuite vers 0 ($S_w = 1$).

En appelant γ_M la valeur maximum possible pour γ_1 et C_m la valeur minimum possible pour C_1 (capacité résiduelle), pour une saturation donnée, l'équilibre n'est possible que si l'on a :

$$\varepsilon_\infty \leqslant \frac{\gamma_M - C_o}{C_a}$$

$$\varepsilon_o - \varepsilon_\infty \geqslant \frac{C_m}{C_a}$$

soit :

$$\frac{C_m}{\varepsilon_o - \varepsilon_\infty} \leqslant C_a \leqslant \frac{\gamma_M - C_o}{\varepsilon_\infty}$$

Cette condition fixe le paramètre C_a à choisir.
La détermination des paramètres C_a et C_o des cellules a été faite à l'aide du pont de haute précision Général Radio 716 C.
Les corps utilisés comme référence sont le benzène ($\varepsilon' = 2,29$) et le dichlore-éthane ($\varepsilon' = 10,4$), ce qui permet de tenir compte de l'effet de bord.
Toutes ces cellules sont de type coaxial et réalisées en laiton.
Le tableau ci-après en donne les caractéristiques.

Cellules	N° 1	N° 2	N° 3	N° 4
Capacité active C_a pF	21,90	9,10	3,80	5,50
Capacité résiduelle C_o pF	6,80	5,50	1,50	2,30

b) Résultats

Les paramètres définissant le signal d'excitation ont été fixés comme suit :

Largeur : 1,5μ sec. amplitude : 1,9 V

fréquence de récurrence : 50kHz

temps de montée : 0,02μsec (indépendant des autres paramètres).

Les différentes variables C_1, R_1, G_1 et γ_1 ont été déterminées pour des massifs de sable calibré 315-400μ dont la saturation en eau S_w avait été déterminée auparavant.

Remarque :

La détermination de la saturation en eau d'un massif de sable peut être connue simplement par pesée :

Pour une cellule de volume V, remplie d'un sable de saturation S_w

$$S_w = \frac{I}{\Phi} \quad p = \frac{I}{\Phi} \quad \frac{Ve}{V}$$

V_e étant le volume de l'eau contenue dans les pores.

En appelant d la densité du sable, P_s le poids du sable contenu dans la cellule et P_e le poids d'eau :

$$V = P_s/d \qquad\qquad V_e = P_e$$

$$S_w = \frac{d}{\Phi} \; \frac{P_e}{P_s}$$

Pour le sable calibré 315-400μ utilisé : $\frac{d}{\Phi} \# 5$

$$S_w \# 5 \; \frac{P_e}{P_s}$$

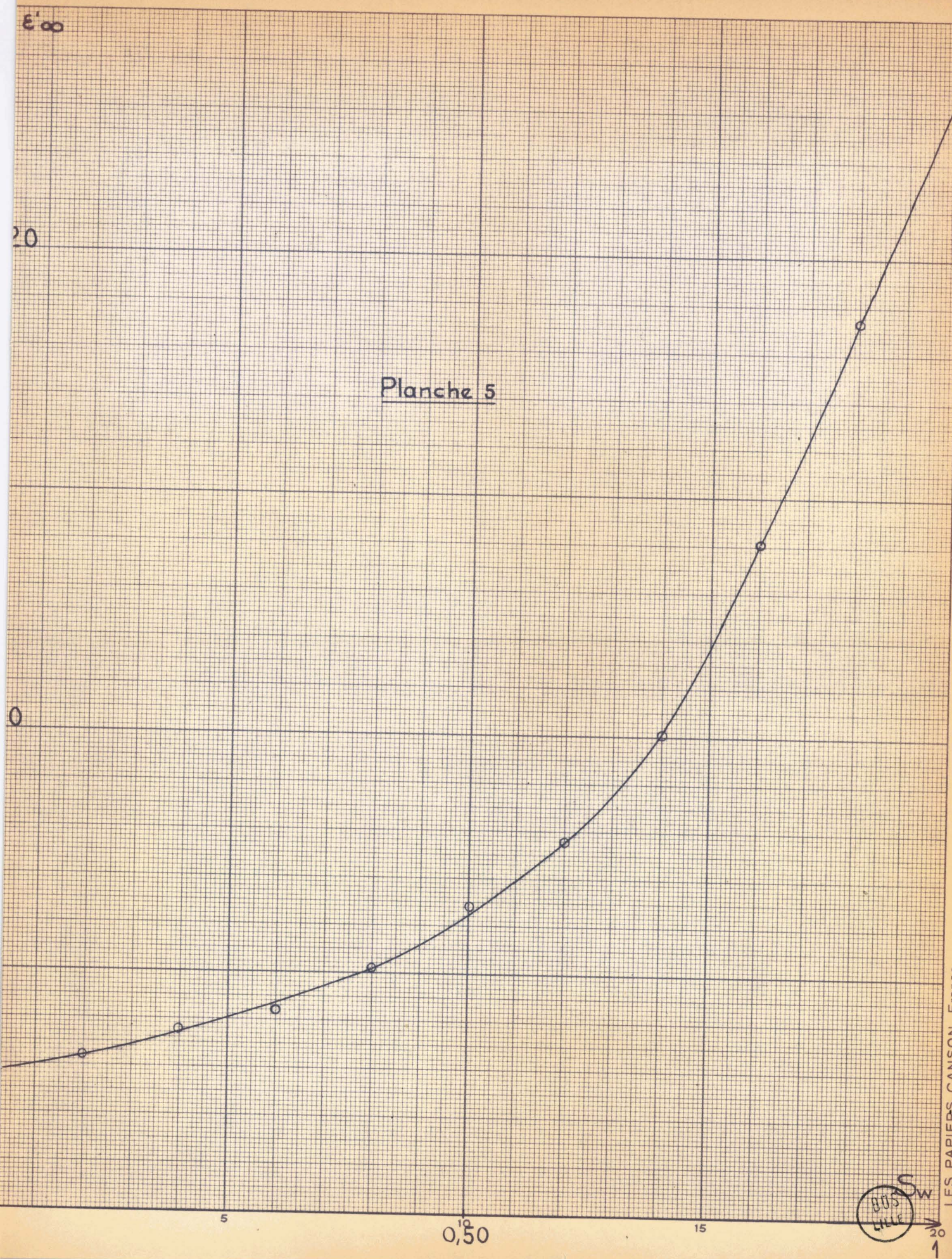
Pour des saturations allant de 0 à I, nous avons ainsi déterminé les paramètres ε_∞, $\Delta \varepsilon'_c$, σ et f_c. Les courbes représentatives de ces paramètres sont données aux planches (5) (6) et (7).

Les points portés sont obtenus en faisant la moyenne des résultats de trois mesures, car il est difficile de réaliser des saturations homogènes et de remplir les cellules d'une façon reproductible.

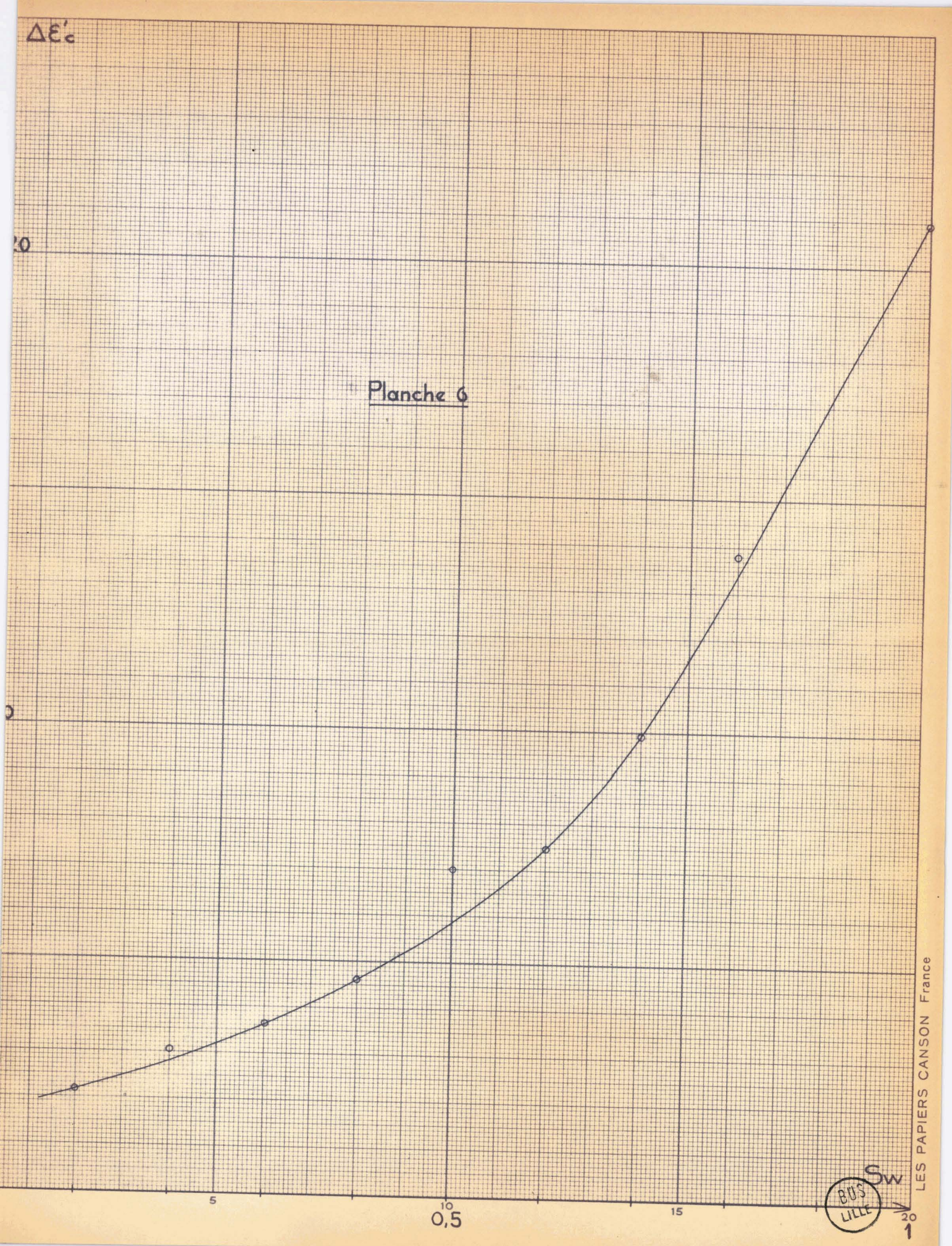
La fréquence critique f_c, comme le laissait prévoir la théorie ne varie guère : elle reste pratiquement au voisinage de 4 MHz. Les variations observées sont assez faibles, mais montrent quand même que f_c se déplace vers les hautes fréquences quand la saturation croît.

Cette valeur légèrement supérieure à la fréquence de 2,5MHz prévue par la théorie est due simplement au fait que l'eau utilisée contenait certainement des ions (chlore), augmentant ainsi la conductibilité σ_2

Cependant la fréquence f_c est suffisamment basse pour que le terme $\frac{f_c}{f_o}$ soit $\ll$ I, condition nécessaire pour que la détermination de ε_∞ puisse se faire avec précision.



BUS LILLE


Δε'c
20
0
Planche 6
5
10
15
20
0,5
Sw
LES PAPIERS CANSON France
BUS LILLE
1

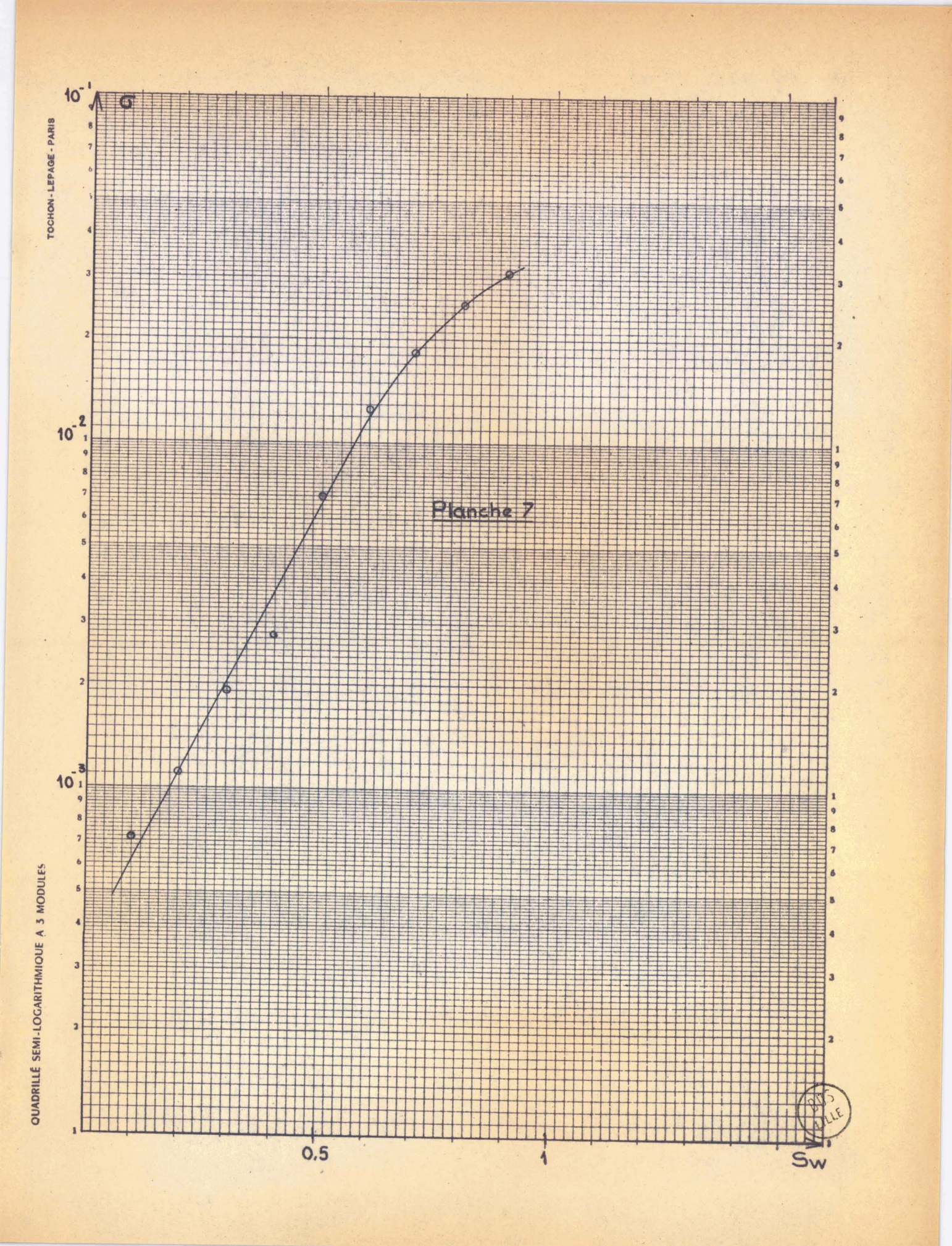


Planche 7
σ
Sw
0,5
1
10⁻¹
10⁻²
10⁻³
TOCHON-LEPAGE - PARIS
QUADRILLÉ SEMI-LOGARITHMIQUE A 3 MODULES

TABLEAU DES MESURES

S_w	ε_∞	$\Delta \varepsilon'_c$	$10^2 \sigma$	cellules
0	2,7	0	0	1
0,1	3,1	2,1	0,07	1
0,2	3,9	3,1	0,1	1
0,3	4,1	3,6	0,2	1
0,4	5,1	4,6	0,3	1
0,5	7	7,7	0,7	2 et 4
0,6	7,5	7,3	1,3	2 et 4
0,7	I0	9,9	1,8	3
0;8	14	13,9	2,5	3
0,9	18,7	17	2,9	3
1	23,5	20,8	3,1	3

c) Essai d'interprétation

- Variations de ε_∞

La courbe représentative des variations de ε_∞(planche 5) montre que cette variable suit à peu près la loi théorique exprimée par la formule (III-4), si la saturation en eau ne dépasse pas 50%.

$$\varepsilon_\infty = \varepsilon'_1 \left[1 + (F+1) p \frac{\varepsilon'_2 - \varepsilon'_1}{F \varepsilon'_1 + \varepsilon'_2} \right] \qquad \text{(III - 4-)}$$

Passé cette valeur , la croissance beaucoup plus rapide montre que la forme et la répartition des particules conductrices dans la phase continue sont alors beaucoup plus complexes que nous l'avons supposé.

Cependant le probléme que nous nous étions posé était moins la vérification des formules théoriques proposées (bien établies par ailleurs réf. 3 à 6), que la détermination des saturations.

Si on mesure le paramètre ε_∞ d'un massif de sable (315-400μ) on peut déterminer directement sa saturation en eau en se reportant à la courbe tracée précédemment.

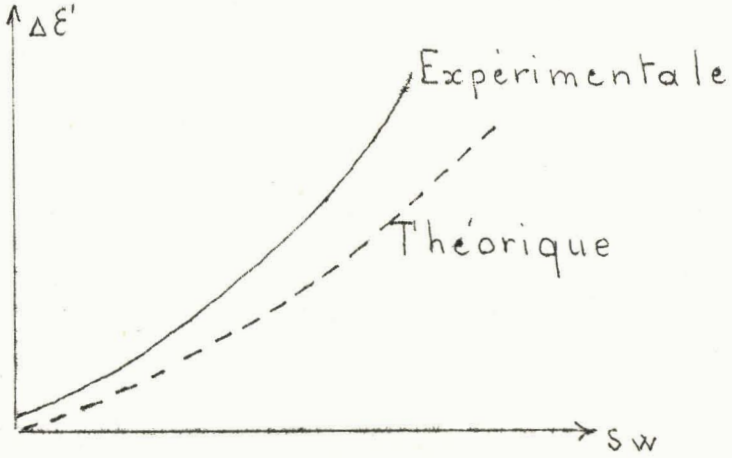
L'erreur commise sur la détermination de ε_∞ étant $\leqslant$ 5% , on a un moyen rapide et précis pour déterminer une saturation , et cela sans détruire ni altérer le massif considéré.

- Variations de $\Delta \varepsilon'_c$

La fréquence critique f_c restant pratiquement constante comme nous l'avons vu, $\Delta \varepsilon'_c = \varepsilon'_c - \varepsilon'_1$, comme le montre la planche (6), suit une loi à peu près parabolique.
Néanmoins, on s'aperçoit qu'elle ne passe pas par l'origine comme elle le devrait.

Si on trace sur un même graphique, les courbes théoriques et expérimentales des variations de $\Delta \varepsilon'_c$ en fonction de S_w, on constate que les paraboles théoriques se trouvent en dessous des courbes expérimentales (3).

Pour les courbes théoriques, les coefficients a et b de la relation $\Delta \varepsilon' = a\, S_w + b\, S^2_w$ sont du même ordre de grandeur, tandis que pour les courbes expérimentales, le coefficient b est nettement supérieur au coefficient a.



Ceci vient confirmer le fait déjà observé (variation de ε_∞), qu'il se produit une interaction entre les particules conductrices (formation de filets d'eau).

- Variation de σ

La méthode présentée ici posséde sur les méthodes classiques, utilisant un signal d'excitation sinusoïdal, l'avantage de pouvoir différencier directement la conductance G due aux porteurs libres, de la conductance G^* due aux pertes de relaxation ou à des effets de paroi. (remarque page 39)

Or, la connaissance de σ est une information très intéressante. La courbe (7) montre en effet que la plage de variation est d'une étendue susceptible de donner une assez grande précision sur la détermination de S_w, d'autant plus que σ est connue à mieux de 5% près.

Jusqu'à la saturation de 0,6, la variation est linéaire, ce qui montre que jusqu'à cette valeur de la saturation, la répartition des particules conductrices varie peu (ce qui est en accord avec les informations données par l'observation des courbes précédentes.)

Passé cette valeur, la croissance est beaucoup moins rapide, la conductibilité tend vers la valeur σ_0 correspondant à la saturation, d'une manière presque asymtotique.
Ce fait, et la valeur relativement élevée de la conductibilité dès les faibles saturations tendent à montrer que :

a) dès les faibles saturations il y a formation de filets d'eau

b) la forme de ces filets varie peu avec la saturation.

Remarque :

Il convient de noter ici que par le principe même de la méthode que nous avons utilisée, il est une difficulté qui a pu être évitée : le phénomène de polarisation des électrodes qui se produit aux basses fréquences, en régime sinusoïdal.

Comme le temps de relaxation $\tau = \frac{I}{2\pi f_c}$ est relativement bref, la largeur des impulsions utilisées était telle que cette polarisation n'avait pas le temps de se produire ; il est équivalent de dire que la f.e.m. qui prenait naissance pendant ce temps n'atteignait qu'une valeur négligeable par rapport à l'amplitude E_0 du signal.

La conductibilité mesurée était bien la conductibilité réelle (due aux porteurs libres). Ce fait a été vérifié de la manière suivante : on mesurait la conductance G,

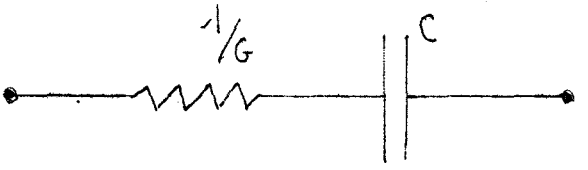
- d'une part par notre méthode
- d'autre part en régime sinusoïdal, à une fréquence suffisamment élevée (20MHz, pont I.R. 20) pour que la polarisation des électrodes soit négligeable.

Les valeurs trouvées étant les mêmes, notre hypothése est vérifiée.

Malgré tout, on peut se rendre compte très facilement du phénomène de polarisation des électrodes : il suffit de prendre une impulsion de largeur suffisante.

L'équilibre en conductance n'est alors plus réalisable et à l'oscilloscope on observe une tension résiduelle de déséquilibre. L'observation de ce signal permet de donner une interprétation qui rend à peu près compte du phènomène.

La conductance G semble être en série avec une capacité C de très forte valeur.



Tant que la largeur de l'impulsion est $\ll \frac{C}{G}$, la capacité est pratiquement équivalente à un court circuit. Mais dès que cette condition n'est plus remplie, la constante de temps $\frac{C}{G}$ apparait nettement.

On a donc mis le phénomène de polarisation des électrodes en évidence. Cependant, dans les conditions où nous avons effectué nos mesures, celui-ci ne nous a pas géné.

3°) CONCLUSION

Nous avons montré que pour un diélectrique possédant un seul domaine de relaxation de type Debye (non distribué) et une conductance initiale (porteurs libres), il est possible de déterminer directement les paramètres : conductibilité σ, permittivité infinie ε_∞, amplitude et fréquence critique du domaine.

Les difficultés rencontrées ont en partie été résolues, mais il faut améliorer :

- les étalons et surtout les étalons de résistance qui n'offrent pas encore une sécurité suffisante pour des mesures de précision.

- la fréquence f_o, définissant le point ∞, qui est trop faible. Il faudrait porter cette fréquence à 100MHz, pour balayer toute la gamme où les circuits à constantes localisées sont encore utilisables.

Il n'est pas impossible par ailleurs de concevoir un appareillage basé sur le même principe et qui permettrait d'étudier des diélectriques à deux et même plusieurs domaines de relaxation. Le probléme est simplement celui de la réalisation du circuit équivalent correct.

Cette méthode de mesure des diélectriques par impulsion s'avère donc comme le montrent nos premiers résultats pleine de possibilités et de promesses pour l'avenir.

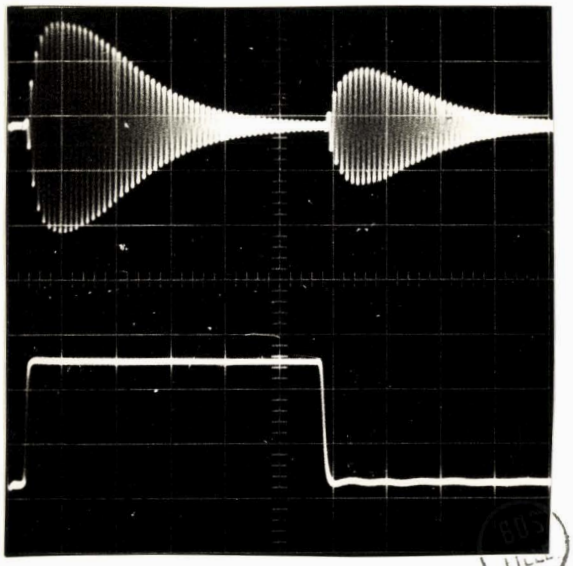


Photo 1 - Harmonique 27 MHz

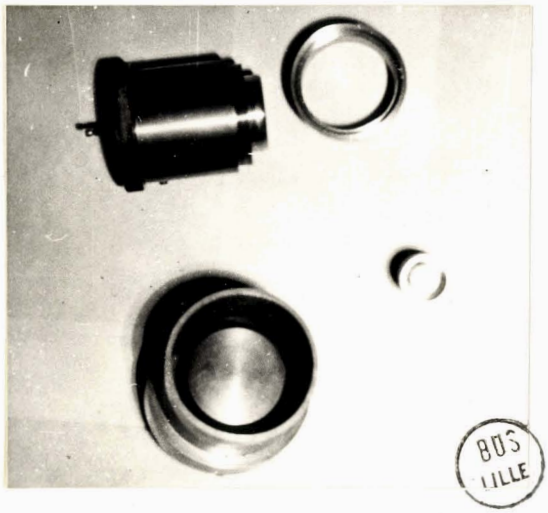


Photo 2 - Les cellules

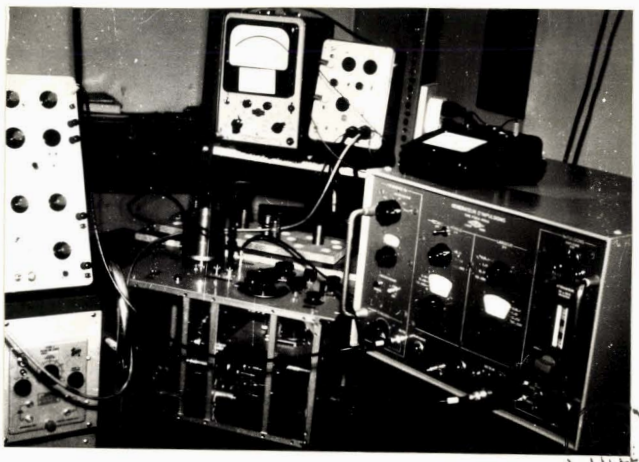


Photo 3 - Ensemble de l'appareillage

BIBLIOGRAPHIE

(I) CONSTANT E. 1962, Thèse Doctorat Sciences Physiques, Lille

(2) VON HIPPEL A.R., I954, Dielectric and waves

(3) SIMANDOUX P., 1962, Rapp. Inst. Français Pét. Réf : 7 198

(4) SIMANDOUX P., 1963, Rapp. Inst. Français Pét. Réf ; 8 280

(5) SIMANDOUX P., 1962, Rapp. Inst. Français Pét. Réf ; 7 596

(6) SIMANDOUX P., 1963, Thèse Ingénieur Docteur Lille

(7) LEBRUN A., 1958, VII° Colloque Ampère, Fasc . Spéc. Arch. Sci. de Genève II, 18-21.

(8) SENEZ J. , 1960, Diplôme d'Etudes Supérieures Lille

(9) PARODIE M. , 1948, Applications Phys. de la Transf. de Laplace

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION 1

I - METHODE DE DETERMINATION DES PARAMETRES CARACTERISTIQUES D'UN DIELECTRIQUE

1) Schéma électrique équivalent à un diélectrique 3

2) Détermination expérimentale du dipôle équivalent 5

3) Etude théorique de la réponse du comparateur 8

a) Mise en équation 9

b) Décomposition en élèments simples 10

c) Valeurs particulières de Δ v(t) 11

4) Application à la détermination de l'équilibre 14

II - REALISATION EXPERIMENTALE

1) Comparateur à large bande 18

2) Séparateur différentiel accordé 19

3) Amplificateur accordé 21

4) Impédance étalon 22

5) Précision 26

III - UTILISATION DU COMPARATEUR POUR L'ETUDE DES PROPRIETES ELECTRIQUES DES MELANGES DE SABLE ET D'EAU.

1) Rappels sur le phénomène d'hétérogénéité 29

2) Mesures et résultats 33

a) Les cellules 33

b) Résultats 34

c) Essai d'interprétation 36

3) Conclusion 40

PHOTOS 42

BIBLIOGRAPHIE 43

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE Section de SCIENCES LILLE

S E C O N D S U J E T

RECENTS PROGRES DANS L'AMPLIFICATION A LARGE BANDE.

Présenté à LILLE le 28 Juin 1963
devant la Commission d'Examen.

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE
Section de SCIENCES
LILLE

Vu et permis d'imprimer
Lille le 13-2-1964
Le Recteur de l'Académie
de Lille

G. DEBEYRE

Vu et approuvé
Lille le 10-2-1964
Le Doyen de la Faculté
des Sciences de Lille

M. PARREAU