

UNIVERSITÉ DE LILLE

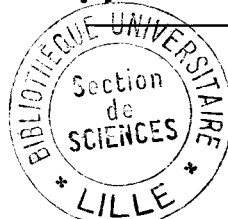
FACULTÉ DES SCIENCES

CENTRE DE 3^e CYCLE D'ELECTRONIQUE

THÈSE DE 3^e CYCLE

Dispositif de mesure de la permittivité complexe
de matériaux hétérogènes, sur échantillon unique
et à large bande de fréquences (7-40 GHz)

Applications



Membres du Jury M. LEBRUN, Président
M. LIEBAERT, Examineur
M. CONSTANT, Examineur

Présentée à Lille, le

1968

par

Jean VINDEVOGHEL

UNIVERSITE DE LILLE

FACULTE DES SCIENCES

DDYENS HONORAIRES :

MM. LEFEBVRE, PARREAU

PROFESSEURS HONORAIRES :

MM. ARNOULT, BEGHIN, BROCHARD, CAU, CHAPPELON, CHAUDRON,
CORDONNIER, DEHEUVELS, DEHORNE, DOLLE, FLEURY, P. GERMAIN,
KAMPE DE FERIET, KOURCANOFF, LAMOTTE, LELONG, Mme LELONG, MM. MAZET
MICHEL, NORMANT, PARISELLE, PASCAL, PAUTHENIER, ROIG, ROSEAU,
ROUBINE, ROUELLE, WIEMAN, ZAMANSKY.

DOYEN :

M. DEFRETIN, Biologie et Physiologie Animales

ASSESEURS :

MM. HEUBEL, Professeur de Chimie Minérale
LEBRUN, Professeur en Electronique

PROFESSEURS :

MM. BACCHUS	Mathématiques Appliquées
BEAUFILS	Chimie
BONNEMAN	Chimie
BECART	Physique
BLOCH	Biologie et Physiologie Animales
BONTE	Sciences de la terre
BOUGHON	Mathématiques Pures
BOUISSET	Biologie et Physiologie Animales
BOURIQUET	Biologie Végétale
CELET	Sciences de la Terre
CONSTANT	Electronique, Electrotechnique t et Automatique
CORSIN	Sciences de la terre

MM. DECUYPER	Mathématiques Pures
DEDECKER	Mathématiques Pures
DEHORS	Electronique, Electrotechnique et Automatique
DELATTRE	Sciences de la terre
DELEAU	Sciences de la Terre
DELHAYE	Chimie
DESCOMBES	Mathématiques Pures
DURCHON	Biologie et Physiologie Animales
FOURET	Physiques
GABILLARD	Electronique, Electrotechnique et Automatique
GLACET	Chimie
GONTIER	Mathématiques Appliquées
HEIM DE BALSAC	Biologie et Physiologie Animales
HOCQUETTE	Biologie végétale
LEBEGUE	Botanique
Mme LEBEGUE	Physique
Mlle LENOBLE	Physique
MM. LIEBAERT	Electronique, Electrotechnique et Automatique, génie Electrique
LINDER	Biologie Végétale
LUCQUIN	Chimie
MARION	Chimie
MARTINOT LAGARDE	Mathématiques Appliquées
Mlle MARQUET	Mathématiques Pures
MENNESSIER	Géologie
MONTARIOL	Chimie
MONTREUIL	Chimie
MORIAMEZ	Physique
MOUVIER	Chimie
PEREZ	Physique
PHAM MAU QUAN	Mathématiques Pures
POUZET	Mathématiques Appliquées
PROUVOST	Sciences de la Terre
SAVARD	Chimie
SCHILTZ	Physique

MM. SCHALLER	Biologie et Physiologie Animale
Mme SCHWARTZ	Mathématiques Pures
MM. TILLIEU	Physique
TRIDOT	Chimie
VAZART	Botanique
VIVIER	Biologie et Physiologie Animales
WATERLOT	Sciences de la Terre
WERTHEIMER	Physique

MAITRES DE CONFERENCES

Mme BADIER	Physique
BASTIANT	Mathématiques
MM. BELLET	Physique
BENABOU	Mathématiques Pures
BILLARD	Physique
BOILLET	Physique
BUI TRONG LIEU	Mathématiques Pures
CHERRUAULT	Mathématiques Pures
CHEVALIER	Mathématiques
DERCOURT	Sciences de la Terre
DEVRAINNE	Chimie
Mme DIXMIER	Mathématiques
M. DOUCET	Chimie
Mme DRAN	Chimie
MM. DUQUESNOY	Chimie
GOUDMAND	Chimie
GUILBAULT	Biologie et Physiologie Animale
GUILLAUME	Biologie Végétale
HANGAN	Mathématiques
HENRY	Physique
HERZ	Mathématiques Appliquées
HEYMAN	Physique
HUARD DE LA MAPRE	Mathématiques Appliquées
JOLY	Biologie et Physiologie Animales

MM. LABLACHE COMBIER	Chimie
LACOSTE	Biologie Végétale
LAMBERT	Physique
LANDAIS	Chimie
LEHMANN	Mathématiques Pures
Mme LEHMANN	Mathématiques Pures
MM. LOUCHEUX	Chimie
MAES	Physique
METTETAL	Zoologie
MONTEL	Physique
NGUYEN PHONG CHAU	Mathématiques
PANET	Electronique, Electrotechnique et Automatique
PARSY	Mathématiques Pures
RACZY	Physique
ROBERT	Calcul Numérique
SAADA	Physique
SEGARD	Chimie
TUDO	Chimie Minérale Appliquées
VAILLANT	Mathématiques Pures
VIDAL	Electronique, Electrotechnique et Automatique
Mme ZINN-JUSTIN	Mathématiques Pures.

A MA MERE

A MA FEMME

INTRODUCTION.

L'étude des propriétés électriques des milieux poreux à fréquence largement variable fournit des renseignements sur les structures microscopiques, sur les phénomènes de nature physico-chimique, en particulier sur les liaisons adsorbant-adsorbé polaire, qui se produisent au sein du milieu poreux.

Les progrès technologiques permettent d'envisager la mesure de la permittivité complexe $\xi^* = \xi' - j\xi''$ à partir du spectre hertzien du diélectrique, sur un échantillon unique de 0 à 6 GHz et sur un autre échantillon de 7 à 40 GHz.

L'échantillon - poudre, matériau polycristallin, monocristal, etc.... - est placé dans une cellule convenable et une enceinte à température constante à atmosphère contrôlée. Des dispositifs de mesure sont connectés à la cellule; ils donnent souvent directement (admittancemètres à lecture directe) $\xi'(f)$ et $\xi''(f)$ de 0 à 4 GHz.

Notre travail est relatif à l'étude des dispositifs et des méthodes de mesure de ξ^* , sur échantillon unique, dans la gamme de fréquences 7 - 40 GHz.

Nous avons étudié la propagation d'une onde T.E dans une large bande de fréquences. Un procédé dynamique de mesure utilisant

des réflectomètres et des systèmes de contrôle continu des modes de propagation en guide surdimensionné est continuellement utilisé.

Nous avons ensuite appliqué cette méthode à la mesure des propriétés diélectriques de corps hétérogènes solides, ici des gels de silice. La mesure se fait sans abaque, par simple mesure d'une fréquence et d'un coefficient de réflexion. La nouveauté du travail est dans la recherche de dispositifs de mesure simples, à lecture instantanée, utilisables pour un échantillon imposé, et ceci à large bande fréquences.

Dans une première partie nous rappelons quelques principes de mesure de $\epsilon^* = \epsilon' - j \epsilon''$ sur échantillon solide; nous envisageons quelques méthodes de mesure possibles, puis nous précisons les aspects de la propagation dans un guide surdimensionné.

Dans une deuxième partie, nous utilisons la technique du guide surdimensionné pour étudier les propriétés de l'admittance d'entrée d'une cellule guide d'ondes remplie de diélectrique.

Dans une troisième partie, nous étudions les propriétés électriques des gels de silice (tracé du spectre hertzien) en fonction du pourcentage d'eau adsorbée, dans le but de préciser le comportement de l'eau en H.F : mode de fixation de l'eau sur le squelette - énergie d'activation.....

PREMIERE PARTIE

=====

- PRINCIPE DES MESURES DE $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$.
- ETUDE DE LA PROPAGATION D'UNE ONDE T.E
A LARGE BANDE DE FREQUENCES .

I / PRINCIPE DES MESURES DE $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$.

I.I Rappels sur la propagation d'une onde transverse dans un guide avec diélectrique. Notations utilisées.

En régime harmonique, les équations de Maxwell se mettent sous la forme:

$$\vec{\text{Rot}} \vec{H} = j\omega \epsilon^* \vec{E}$$

$$\vec{\text{Rot}} \vec{E} = -j\omega \mu^* \vec{H}$$

$$\text{div} \epsilon^* \vec{E} = 0$$

$$\text{div} \mu^* \vec{H} = 0$$

La solution est de la forme:

$$\vec{E} = \vec{E}_0 \cdot e^{j\omega t} \cdot e^{-\gamma_g' z}$$

où γ_g' est la constante de propagation dans le guide (direction $\vec{\text{Oz}}$).

Posons:
$$\gamma_g'^2 + \omega^2 \epsilon^* \mu^* = \left(\frac{2\pi}{\lambda_c}\right)^2 \quad (I)$$

λ_c étant la longueur d'onde de coupure dans le guide, pour le mode de propagation envisagé (TE_{01}).

En posant:
$$\left| \begin{array}{l} \beta = \frac{2\pi}{\lambda} \\ d = \left(\frac{\lambda}{\lambda_c}\right)^2 \end{array} \right.$$

nous avons:
$$\gamma_g' = j\beta \sqrt{\epsilon_r^* \mu_r^* - d} \quad (2)$$

De plus:
$$\frac{1}{\lambda^2} = \frac{1}{\lambda_g^2} + \frac{1}{\lambda_c^2} \quad (3)$$

donne:
$$\lambda_g = \frac{\lambda}{\sqrt{1-d}} \quad (4)$$

Introduisons les grandeurs réduites: $A = \frac{\alpha'_g}{\beta_g}$

$B = \frac{\beta'_g}{\beta_g}$

Nous obtenons: $\frac{Y'_g}{\beta_g} = \frac{\alpha'_g}{\beta_g} + j \frac{\beta'_g}{\beta_g} = j \frac{\beta}{\beta_g} \sqrt{\epsilon_r^* \mu_r^* - d}$

$$A + jB = j \sqrt{\frac{\epsilon_r^* \mu_r^* - d}{1-d}} \quad (5)$$

D'où en séparant parties réelle et imaginaire:

$$\begin{aligned} \epsilon' &= (B^2 - A^2)(1 - d) + d \\ \epsilon'' &= 2 A \cdot B(1 - d) \end{aligned} \quad (6)$$

Remarques: - α'_g et β'_g dépendent | du diélectrique
de la géométrie de la ligne par $d = \left(\frac{\lambda}{\lambda_c}\right)^2$

- on montre aussi que le rapport des admittances caractéristiques de la ligne avec et sans diélectrique est:

$$\frac{Y'_c}{Y_c} = B - jA \quad (I)$$

I. 2 Principe des mesures.

Les mesures de la permittivité complexe des diélectriques aux hautes fréquences sont souvent basées soit sur l'étude de la réflexion des ondes E.M sur le dioptre d'entrée d'une cellule contenant le matériau, soit sur l'étude de la transmission de ces ondes E.M dans les diélectriques.

a) Supposons une cellule de longueur infinie, remplie de diélectrique (fig.I).

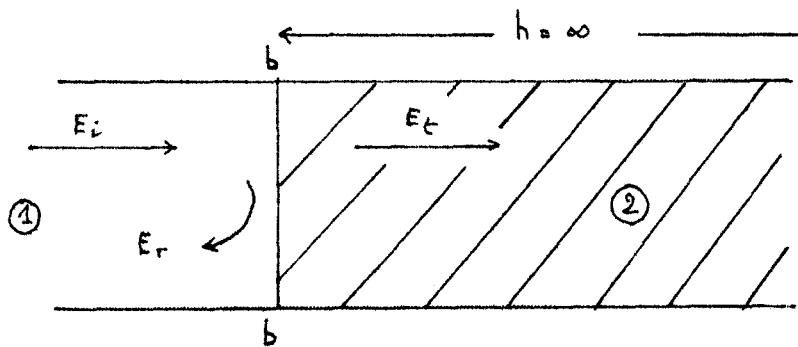


Fig. I

Une onde incidente E_i se réfléchit partiellement sur le dioptre d'entrée (plan bb) et donne naissance à une onde réfléchie E_r (milieu I). D'autre part, une onde E_t est transmise dans la colonne diélectrique (milieu 2). Celle-ci étant supposée suffisamment longue ($h = \infty$), l'onde transmise E_t est totalement absorbée par le diélectrique (atténuation en $e^{-\gamma_g h}$).

Dans ces conditions, le coefficient de réflexion dans le plan d'entrée bb de la cellule est:

$$\rho = \frac{E_r}{E_i}$$

Ce coefficient de réflexion est lié au matériau par les grandeurs B et A: changement d'impédances caractéristiques $\frac{Y'_c}{Y_c} = B - jA$.

b) Supposons maintenant une cellule de longueur finie, terminée par un dioptre réfléchissant localisé dans le plan cc (fig.2).

Dans ce cas, l'onde incidente E_i donne toujours naissance à une onde réfléchie E_{rI} (onde réfléchie par le dioptre plan bb) et à une onde transmise E_{tI} .

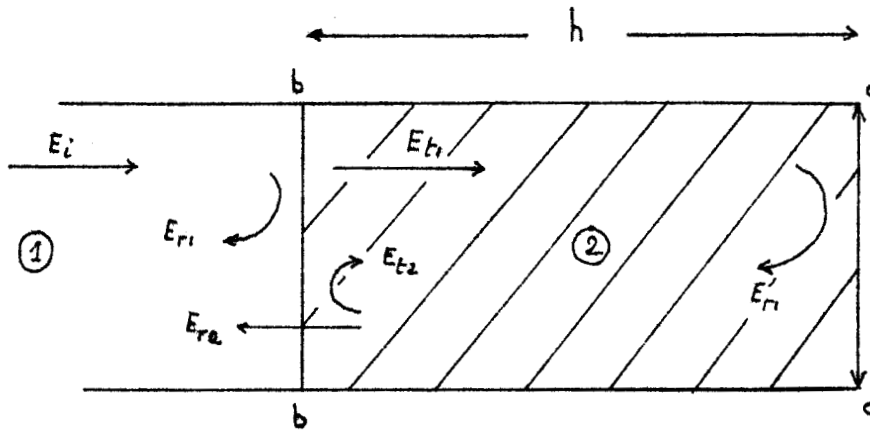


Fig. 2

Mais, contrairement au cas précédent, l'onde E_{t1} n'est plus absorbée totalement par la colonne diélectrique (milieu 2): sur le plan cc l'amplitude de l'onde est $E_{t1} \cdot e^{-\gamma_g \cdot h} \neq 0$ et il y aura réflexion de cette onde sur le plan cc, d'où onde réfléchie E'_{r1} qui revient vers bb (atténuation en $e^{-\gamma_g \cdot h}$).

Cette onde E'_{r1} va à son tour se réfléchir partiellement sur le dioptré plan bb: onde E_{t2} , et se transmettre partiellement dans le milieu I: onde E_{r2} .

Ce processus de transmission et réflexion partielle dans le plan bb se renouvelle à chaque trajet de l'onde dans le milieu 2.

Globalement, nous observons à gauche du plan bb une onde réfléchie totale:

$$E_r = E_{r1} + E_{r2} + E_{r3} + \dots$$

L'onde E_{r1} est due à la réflexion de l'onde incidente E_i sur le dioptré d'entrée; les ondes E_{r2} , E_{r3} sont dues aux réflexions partielles de l'onde transmise E_t dans le milieu 2.

Le coefficient de réflexion dans le plan d'entrée bb est:

$$\rho' = \frac{E_r}{E_i}$$

L'admittance réduite d'entrée correspondante y'_e est liée au coefficient de réflexion ρ' par les relations classiques:

$$\rho' = \frac{I - y'_e}{I + y'_e}$$

c) Cas particulier: Les cellules de mesure sont souvent terminées par un court-circuit: obstacle parfaitement réfléchissant dans le plan cc.

On montre que (I) dans ce cas, l'admittance réduite d'entrée est de la forme:

$$y'_e = y'_c \cdot \coth \gamma'_g \cdot h$$

$$y'_e = (B - jA) \coth \gamma'_g \cdot h$$

Les valeurs A, B, γ'_g sont liées à ϵ^* et à la géométrie de la ligne de mesure, et pour une cellule de hauteur h donnée, les variations de la permittivité complexe $\epsilon^*(f)$ se traduisent par des variations de l'admittance d'entrée $y'_e(f)$ et du coefficient de réflexion $\rho'(f)$.

d) Analyse du système d'ondes.

Le système d'ondes existant à gauche du dioptre d'entrée plan bb peut être analysé à partir des méthodes classiques de mesure d'admittances aux hyperfréquences: ligne de mesure de T.O.S, réflectomètre, T hybride, etc.....

- Ligne de mesure de T.O.S: la sonde mobile du mesureur de T.O.S

détecte un signal proportionnel au champ électrique existant à la distance l du plan d'entrée bb de la cellule (fig.3).

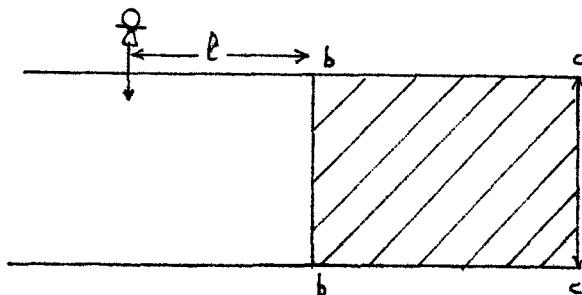


Fig.3

A fréquence fixe, le module du coefficient de réflexion $|\rho'|$ reste constant, mais la phase varie en $2\beta_g \cdot l$.

Pour des valeurs maximales et minimales V_M et V_m de la tension détectée, l'admittance ramenée dans le plan de la sonde est réelle ($b = 0$) et est égale à S ou I/S .

L'admittance à mesurer (plan bb) se déduit de la valeur du T.O.S et de la position de la sonde donnant V_m .

Cette méthode présente un inconvénient: à fréquence variable, il est difficile de suivre continuellement la variation de l'admittance d'entrée y'_e .

On pourrait par exemple asservir la position de la sonde sur une valeur réelle de l'admittance d'entrée, mais la grande diversité des impédances à mesurer ne permet pas cet asservissement.

La mesure de T.O.S ne fournit donc dans ce cas qu'une information incomplète: nous n'avons pas de renseignement sur la phase présentée par l'admittance inconnue. De plus, le mesureur de T.O.S dans sa forme classique est d'un emploi peu commode à large bande de fréquences.

- Réflectomètre.

Les progrès récents dans la réalisation de réflectomètres à large bande de fréquences sont à l'origine de l'emploi de plus en plus fréquent de ces dispositifs dans le domaine des hyperfréquences.

Le réflectomètre détecte un signal proportionnel au module du coefficient de réflexion $|\rho'|$.

Il permet de suivre continuellement les variations de l'admittance d'entrée en fonction de la fréquence. Par contre, il ne fournit pas l'information "phase" de ce coefficient de réflexion.

Pour obtenir l'information de phase, on peut rechercher des fréquences privilégiées pour lesquelles l'admittance d'entrée de la cellule présente des propriétés particulières: admittance d'entrée purement réelle et coefficient de réflexion minimum, etc....

Une étude systématique des propriétés de l'admittance d'entrée d'une cellule court-circuitée remplie de diélectrique montre que le coefficient de réflexion est minimum lorsque la hauteur h de la cellule est telle que l'on ait:

$$h \approx (2p + 1) \frac{\lambda_g}{4} \quad (\text{à quelques \% près})$$

où λ_g est la longueur d'onde dans la cellule remplie de diélectrique.

A ces fréquences, l'admittance d'entrée de la cellule de mesure se met sous la forme:

$$y'_e = g \approx B \cdot \text{th} \alpha'_g \cdot h \quad (7)$$

soit:

$$\frac{g}{B} = \text{th} (2p + 1) \frac{\pi}{2} \frac{A}{B} \quad (8)$$

En résumé, à partir des données expérimentales (fréquence donnant un coefficient de réflexion minimum, et mesure du coefficient de réflexion ou du T.O.S présenté par la cellule à cette fréquence), nous pouvons déterminer l'admittance d'entrée de la cellule et par suite

A et B et en déduire la permittivité complexe ϵ^* du matériau diélectrique par les relations (6).

Nous avons:
$$B = \frac{\lambda_g}{\lambda'_g} \quad \text{avec} \quad \lambda_g = \frac{\lambda}{\sqrt{1-d}}$$

$$\lambda'_g = \frac{4h}{2p + 1}$$

et A est déterminé par l'intermédiaire de l'équation (8).

$$\frac{-g}{B} = \frac{-I}{S.B} \quad \text{à gauche de la charge adaptée}$$

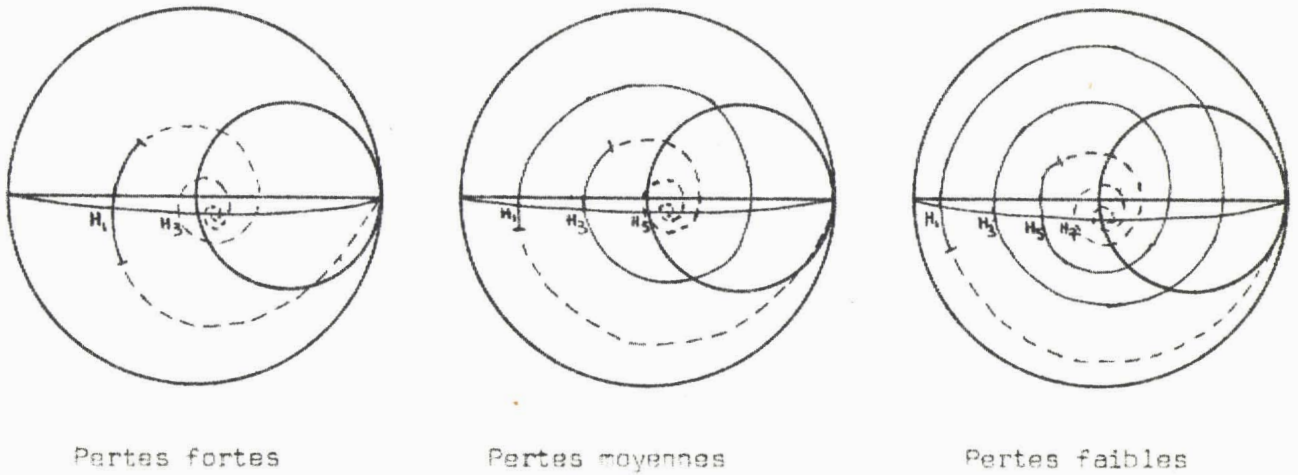
$$\frac{-g}{B} = \frac{-S}{B} \quad \text{à droite de la charge adaptée}$$

I.3 Sur le choix des hauteurs de cellules à utiliser.

On montre (1) que, sur un abaque de Smith, le lieu de l'admittance d'entrée d'une cellule de hauteur fixe remplie d'un matériau donné en fonction de la fréquence, a l'allure d'une spirale.

Les points représentatifs des coefficients de réflexion minima et maxima sont situés approximativement sur l'axe horizontal de l'abaque.

Nous donnons figure 4 l'aspect de spirales pour trois cas différents de diélectriques, la hauteur de cellule h étant imposée, la fréquence étant variable.



-----: spirale pour f variant de 0 à ∞ .
———: portion de spirale observée dans une gamme de fréquences donnée.

Fig.4

Pour un diélectrique donné, l'aspect de la spirale à fréquence variable et pour des hauteurs de cellules différentes est le même que précédemment.

Une courbe représentative du module du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence (hauteur fixe) est donnée figure 5.

Pour une hauteur $h_2 > h_1$, l'aspect de cette courbe est donné par la figure 6.

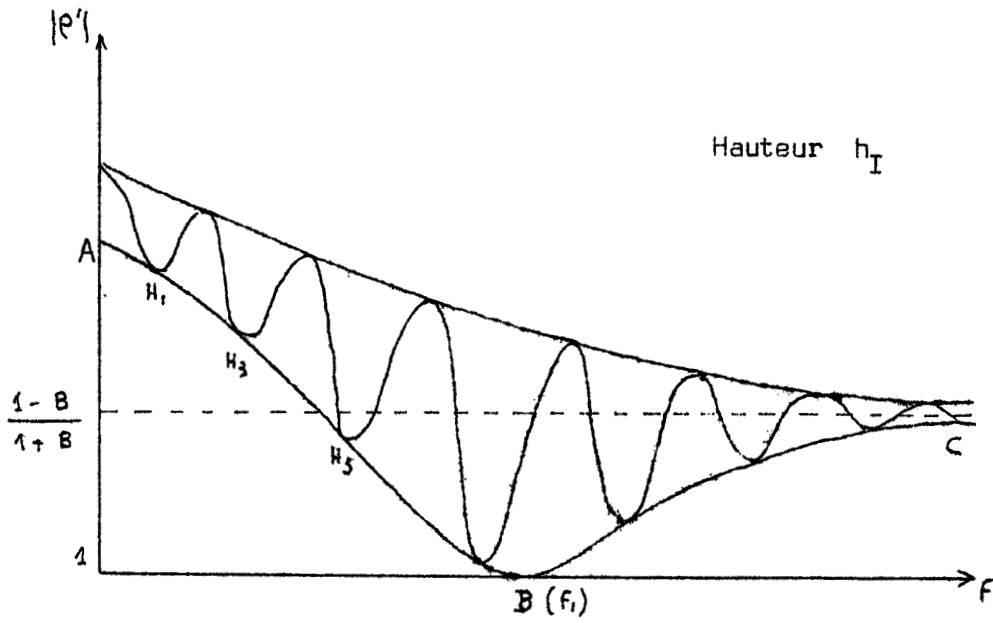


Fig. 5

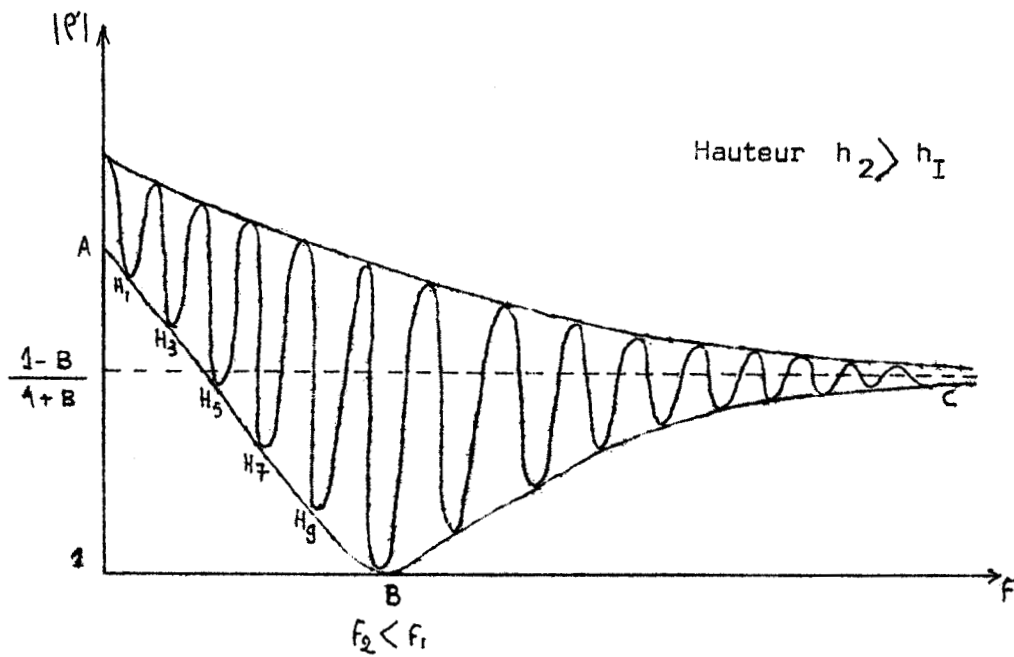


Fig. 6

La portion de courbe AB correspond au lieu des valeurs minimales du coefficient de réflexion pour la spirale passant à gauche de I sur l'abaque de Smith, alors que la portion BC de la courbe correspond au lieu des minima de coefficient de réflexion pour la spirale passant à droite de I sur l'abaque.

Nous constatons que, pour un diélectrique donné et une bande de fréquences donnée, les points représentatifs des minima de coefficient de réflexion passent d'autant plus rapidement à droite de I que la hauteur de cellule est plus grande. Or, les bonnes mesures sont celles pour lesquelles on se trouve au voisinage de la charge adaptée, à gauche de préférence (1) (2).

Pour assurer de bonnes mesures à large bande de fréquences, il nous faut donc choisir des hauteurs de cellules convenables. Remarquons qu'il est impossible, à très large bande de fréquences et pour des produits très absorbants, d'obtenir dans tous les cas la meilleure valeur de l'admittance à mesurer.

Par contre, pour des diélectriques à pertes moyennes et pour la bande 8 - 40 GHz, on peut, pour une hauteur convenable, obtenir une bonne détermination de ξ^* .

Nous voyons donc que la hauteur de cellule à utiliser est liée à l'absorption présentée par le diélectrique à mesurer. Des calculs préliminaires (3) nous ont permis de sélectionner des hauteurs de cellules convenables pour la majeure partie des produits étudiés: $h = 15 \text{ mm}, 25 \text{ mm}, 30 \text{ mm}, 50 \text{ mm}$.

II / IMPERATIFS DE MESURE LIES A LA NATURE DES ECHANTILLONS.

II.1 Généralités.

Les matériaux à mesurer se présentent soit sous forme de granules, de poudres, soit de corps polycristallins.

Il est évident que les problèmes de tassement, de contact et de granulométrie peuvent jouer un rôle important (formation de ménisques) et fournir des résultats apparents n'ayant guère de signification.

Seule la mesure sur échantillon unique dans la plus large bande de fréquences possible permet de donner le sens de variation des phénomènes caractéristiques du matériau: elle est indispensable pour l'étude des diélectriques envisagés.

Il faut placer l'échantillon dans une cellule convenable puis rechercher les méthodes qui permettent de mesurer correctement, à large bande de fréquences, les admittances équivalentes à ces cellules remplies de matériaux.

II.2 Examen de quelques méthodes de mesure possibles.

La mesure classique de l'impédance d'entrée d'un tronçon de ligne de longueur h , court-circuité, rempli d'échantillon est longue et souvent peu précise: à fréquence fixe, la valeur de l'impédance d'entrée est souvent peu favorable à une bonne mesure (2) et les erreurs peuvent être importantes: points de mesure souvent accumulés dans les zones $m - \frac{\lambda_g}{2}$ où la précision est mauvaise.

Elle nécessite un échantillon différent pour chaque bande de fréquences:

X	8,2 à 12,4 GHz
P	12,4 à 18 GHz
K	18 à 26,5 GHz
R	26,5 à 40 GHz

Les mesures doivent être dépouillées à partir d'abaques du type $z \cdot \coth z$ (I)(2).

Pour les liquides, on opère souvent à fréquence fixe et cellule de hauteur variable, ce qui diminue beaucoup les erreurs de mesure en permettant de choisir les longueurs favorables et facilite aussi les calculs à effectuer (valeurs particulières des admittances d'entrée mesurées).

II. 2.1 Utilisation de guides surdimensionnés.

Pour les solides, une des méthodes possibles est de connecter la cellule unique remplie d'échantillon aux différents dispositifs de mesure, par l'intermédiaire de transitions convenables.

On opère ainsi à hauteur fixe et fréquence variable, et partiellement en guide surdimensionné.

Les cellules porte-échantillon utilisées sont choisies dans un standard donné, par exemple celui de la bande X, de dimensions intérieures $a = 22,86$ mm ; $b = 10,16$ mm et sont raccordées aux bancs de mesure par des transitions convenables.

D'autres méthodes peuvent être, et ont été, envisagées: cellules composites, transformateurs d'impédances, etc....

II. 2.2 Utilisation de cellules composites.

La technique des cellules composites consiste à remplir partiellement la cellule de mesure d'un diélectrique connu, sans pertes, l'autre partie étant remplie par le diélectrique à mesurer (fig.7).

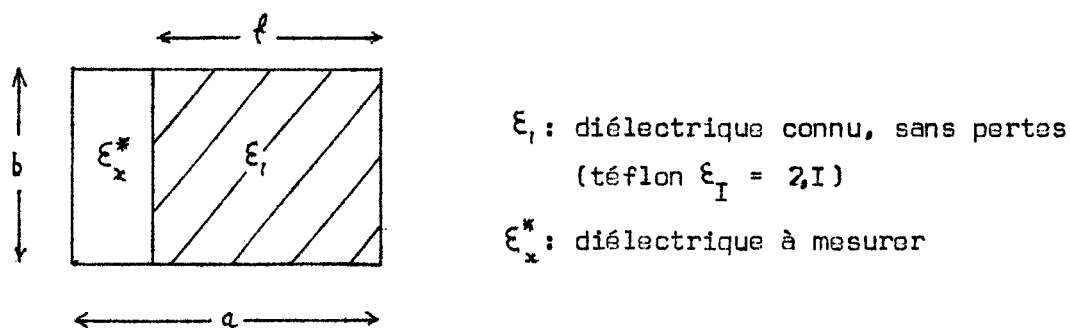


Fig.7

Cette technique présente les avantages d'une grande largeur de bande, d'un transport de puissance important, d'une réduction de la vitesse de phase de l'onde électromagnétique (4)(5)(6)(7)(8)(9). Par contre, de nombreuses difficultés existent: elles sont dues à l'existence de modes parasites, de résonances..... et de plus, on montre (4)(5) que les équations caractéristiques sont complexes, de la forme:

$$\frac{\text{tg}(x + jy)}{x + jy} + \frac{\text{tg}(a + jb)}{a + jb} = 0$$

ce qui nécessite des travaux sur calculatrices, lors du dépouillement des mesures.

En outre, il faut remarquer que le volume réservé au diélectrique inconnu est faible; la granulométrie est telle que les interfaces superficiels réfléchissants apparaissent. Il y a risque de formation de cavités à l'intérieur de la cellule et par suite d'erreurs de mesure. De plus, l'emploi de ces cellules à large bande de fréquences nécessite aussi l'utilisation de transitions très difficiles à adapter.

II. 2.3 Utilisation de transformateurs d'impédances.

Au lieu d'exciter une cellule de mesure par une onde de

fréquence supérieure aux fréquences pour lesquelles la cellule a été construite (principe du guide surdimensionné), on peut imaginer de l'exciter par des ondes de fréquences inférieures.

Il est évident que cette cellule ne pourra propager que des ondes de fréquences f supérieures à la fréquence de coupure f_{co} de la cellule.

Pour augmenter la bande de fréquences utile, il faut diminuer la fréquence de coupure f_{co} , ce qui peut être réalisé en chargeant la cellule par un matériau diélectrique de permittivité relative $\epsilon_r > 1$ (diminution de la vitesse de phase de l'onde E.M): c'est le principe du transformateur d'impédances (fig.8) qui fonctionne à l'inverse du guide surdimensionné.

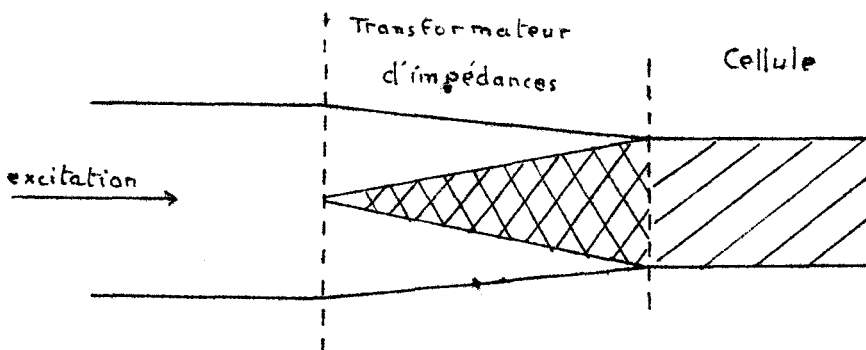


Fig.8

En effet, la fréquence de coupure f_{co} d'un guide vide (mode TE_{01}) est $f_{co} = \frac{c}{\lambda_{co}}$; le guide propage des fréquences $f > f_{co}$.

Si on remplit le guide avec un matériau de constante diélectrique ϵ_r , la vitesse de phase de l'onde diminue:

$$v = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r}}$$

et la fréquence de coupure du guide chargé devient:

$$f_c = \frac{v}{\lambda_{co}} = \frac{c}{\lambda_{co}\sqrt{\epsilon_r}} = \frac{f_{co}}{\sqrt{\epsilon_r}}$$

Le guide propage des fréquences $f > f_{co} \sqrt{\epsilon_r}$: il y a augmentation de la bande passante du guide.

Prenons un exemple: supposons la cellule de mesure construite dans le standard de la bande K (dimensions intérieures 10,67 mm x 4,7 mm); la longueur d'onde de coupure du mode TE_{01} est 2,34 mm ce qui donne une fréquence de coupure de l'ordre de $f_{co} = 14$ GHz. Un guide standard bande K propage donc des fréquences supérieures à 14 GHz.

Nous pouvons diminuer artificiellement la longueur d'onde de coupure en chargeant la cellule par du téflon (par exemple) de constante diélectrique $\epsilon_r = 2,1$: il y a réduction de la vitesse de phase de l'onde E.M et $f_c = f_{co} / \sqrt{2,1} \approx 10$ GHz.

La cellule peut alors propager des fréquences supérieures à 10 GHz: il y a augmentation de la bande de fréquences utile.

L'inconvénient de cette méthode apparaît nettement: la fréquence inférieure de mesure est limitée à la fois par le standard de la cellule de mesure et par le diélectrique remplissant le transformateur. Par conséquent, si ultérieurement on désire augmenter les fréquences de mesure, le standard de la cellule change: cellule de dimensions intérieures plus faibles: λ_c diminue donc f_c augmente et la fréquence basse augmente: il y a translation et non pas extension de la gamme des fréquences de mesure.

De plus, de nombreux essais ont montré que le transformateur d'impédances était le siège de nombreuses réflexions parasites: impossibilité de trouver un profil de transition assurant un coefficient de transmission correct et constant à large bande de fréquences.

II. 2.4 Choix de la méthode.

A la suite de très nombreux essais - plusieurs dizaines - il nous est apparu que seule la solution du guide surdimensionné est réellement exploitable pour les mesures envisagées sur les matrices alvéolaires rigides: elle joint la rapidité de mesure et de calcul; il n'existe pas de limite supérieure de la fréquence d'utilisation.

III / PROPAGATION EN GUIDE SURDIMENSIONNÉ (G.S.D).

III.1 Modes de propagation.

La condition de propagation d'une onde dans un guide vide est:

$$f \geq f_c \quad \text{ou} \quad \lambda \leq \lambda_c$$

Pour un guide rectangulaire, nous pouvons déterminer les longueurs d'ondes de coupure des différents modes de propagation (fig.9).

mode	λ_c
TE_{01}	$2a$
TE_{02}	a
TE_{03}	$2a/3$
TE_{10}	$a/2$
TE_{20}	$2b$
TE_{20}	b

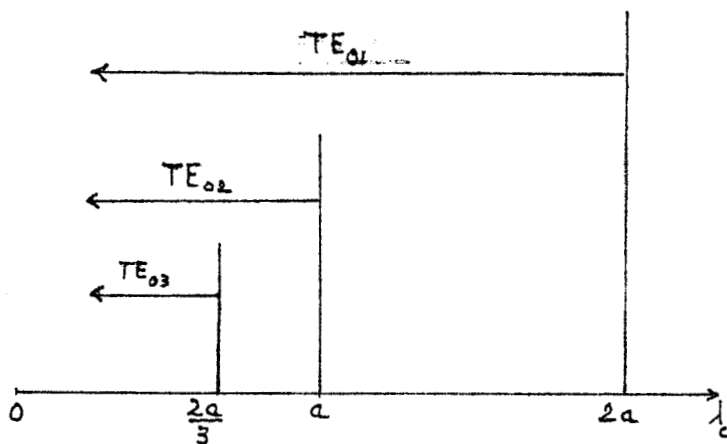
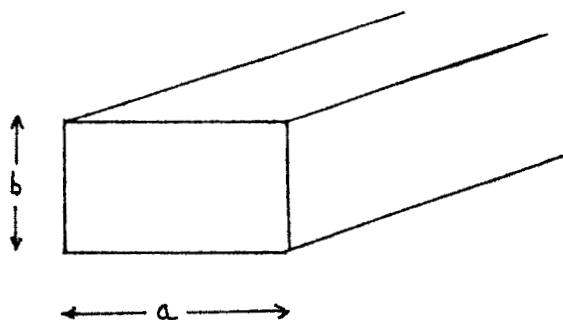


Fig.9

Le tracé du graphe universel $a/\lambda = f(b/\lambda)$ permet de déterminer les modes de propagation dans un guide, en fonction de la fréquence (fig.I0).

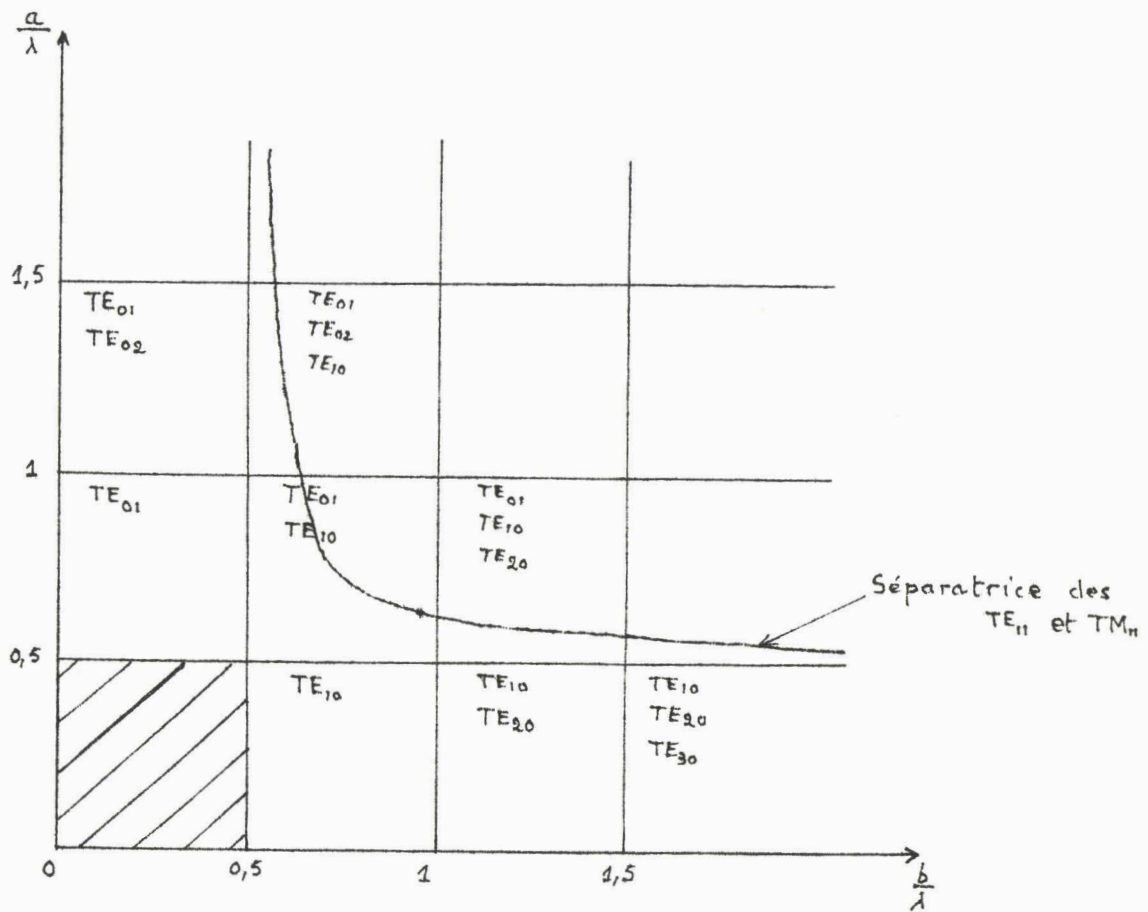


Fig.I0

Il existe une région du graphe pour laquelle un seul mode se propage: - le TE_{01} pour $0,5 \leq \frac{a}{\lambda} \leq 1$

- le TE_{10} pour $0,5 \leq \frac{b}{\lambda} \leq 1$

Un guide d'ondes rectangulaire excité par des fréquences convenables

(condition $0,5 \leq \frac{a}{\lambda} \leq 1$ réalisée) propage le seul mode TE_{01} dit fondamental, les autres modes étant très rapidement évanescents: nous avons affaire à un guide standard.

Si maintenant nous excitons ce guide par des fréquences supérieures à celles pour lesquelles le mode TE_{01} se propage seul, l'apparition de modes supérieurs de propagation est possible. L'expérience montre que cette apparition dépend des modes d'excitation, des coefficients de réflexion parasites, etc.....

Il est important de connaître exactement quels sont les modes qui se propagent effectivement dans un tel guide appelé guide surdimensionné (G.S.D.).

Il est évident que la présence de plusieurs modes a une influence sur la pureté de l'onde correspondant au mode fondamental, et il est nécessaire et impératif, lorsqu'on travaille en G.S.D de s'assurer que les perturbations apportées par ces modes "parasites" sont, sinon totalement éliminées, tout au moins fortement atténuées et que leurs effets sont négligeables.

Aux très hautes fréquences, pour un guide donné, nous avons:

$$\lambda \ll \lambda_c \quad \text{et} \quad \lambda_g = \frac{\lambda}{\sqrt{1 - \left(\frac{\lambda}{\lambda_c}\right)^2}} \neq \lambda$$

Nous sommes alors dans le cas d'une propagation quasi-optique: l'onde qui se propage est pratiquement une onde plane; les parois du guide d'ondes n'interviennent pratiquement plus.

Par contre, pour les fréquences que nous utilisons (8 à 40 GHz) le guide est peu surdimensionné et il est alors évident que tous les obstacles localisés dans le guide (fenêtre, mica, déformations mécaniques, orifices, jonctions entre deux tronçons de guides, etc....) favorisent l'excitation de modes supérieurs.

Un contrôle continu de ces modes est à notre avis indispensable pour utiliser à ces fréquences les guides surdimensionnés.

Remarque: rappelons que la limite inférieure de la bande de fréquences d'un guide est imposée par $\lambda < 2a$ (Cf fig. 10).

III. 2 Atténuation dans un G.S.D.

Un des avantages du G.S.D est la large bande de fréquences transmises.

Un autre avantage est lié à l'atténuation dans un G.S.D qui est plus faible que dans un guide standard à la même fréquence.

Pour un guide en cuivre, l'atténuation du TE_{01} est donnée par la formule: (10)

$$\alpha_{dB/m} = \frac{1,47 \cdot 10^{-4}}{a^{3/2}} \frac{\left(\frac{f_c}{f}\right)^{3/2} + \frac{a}{2b} \left(\frac{f}{f_c}\right)^{1/2}}{\left[1 - \left(\frac{f_c}{f}\right)^2\right]^{1/2}} \quad (9)$$

Pour des fréquences telles que $f \gg f_c$ on a:

$$\alpha_{dB/m} = \frac{6 \cdot 10^{-9}}{b} f^{1/2} \quad (10)$$

On voit alors que l'atténuation d'un guide standard X est 0,094 dB/m en 3 cm, 0,11 dB/m à 35 GHz, alors que celle d'un guide classique à cette fréquence est de 0,62 dB/m.

On remarque de plus que l'atténuation introduite par le G.S.D varie relativement peu avec la fréquence.

III.3 Etude des modes de propagation dans un G.S.D.

Les bancs de mesure que nous utilisons pour des bandes de fréquences données se composent :

- d'un générateur wobulé à puissance de sortie contrôlée constante,
- d'un réflectomètre avec atténuateur calibré,
- d'un tronçon de ligne de longueur D suffisante, avec détecteur apériodique,
- de la transition, d'un dispositif de court-circuit et de la cellule de mesure.

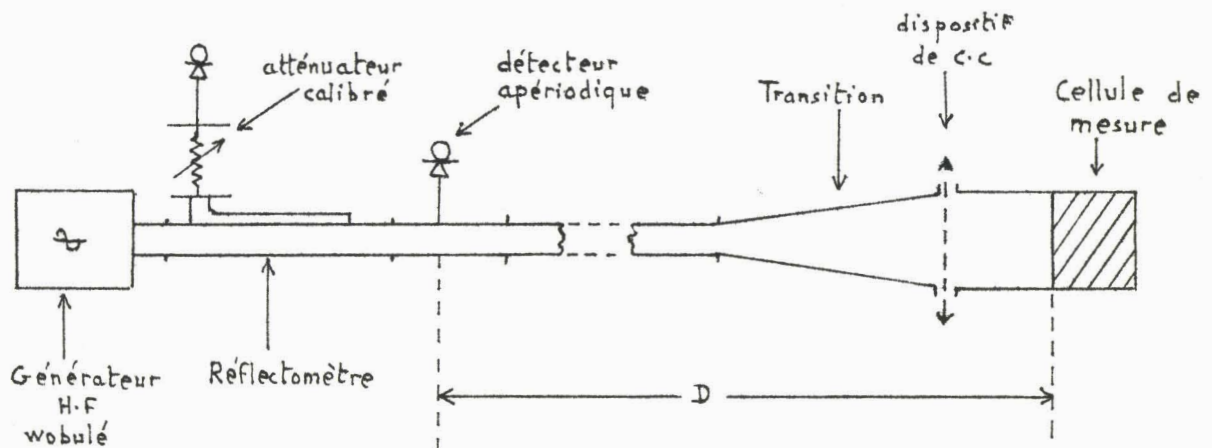


Fig.II

III.3.I Dispositif de visualisation des anomalies de propagation.

Pour préciser la présence ou l'absence des modes supérieurs, nous utilisons un dispositif de visualisation des anomalies de propagation.

Un détecteur large bande - sonde aperiodique ou détecteur de courants de parois- est sensible à l'addition des ondes incidentes et des ondes réfléchies.

En faisant varier manuellement la fréquence sur une gamme de fréquences donnée, on obtient une succession de valeurs maximales et minimales caractérisant un taux d'ondes stationnaires.

En dynamique (modulation des ondes H.F par une onde B.F), on visualise le T.O.S sur toute la gamme X, P, K ou R, et la fréquence apparente de modulation du phénomène dépend de la fréquence de modulation du générateur et de la distance D entre le détecteur large bande et le plan d'entrée de la cellule (I I)(I 2).

Toutes les anomalies de propagation, à toutes les fréquences - résonances parasites, effets de fenêtres, modes supérieurs - apparaissent comme des "perturbations" sur ces pseudo-sinusoïdes (fig.I 2).

Par ailleurs, apparaissent aussi directement les variations de l'admittance d'entrée de la cellule en fonction de la fréquence, sous forme des courbes enveloppes du T.O.S de cette cellule et du coefficient de réflexion présenté par celle-ci (fig.I3).

Cette visualisation permet éventuellement de faire une mesure de T.O.S à une fréquence donnée f_0 en arrêtant la modulation et en mesurant autour de f_0 une valeur $S = V_{Max} / V_{min}$.

Nous utilisons actuellement pour cette mesure, le réflectomètre. La sonde fixe nous sert uniquement à contrôler l'absence de modes parasites.

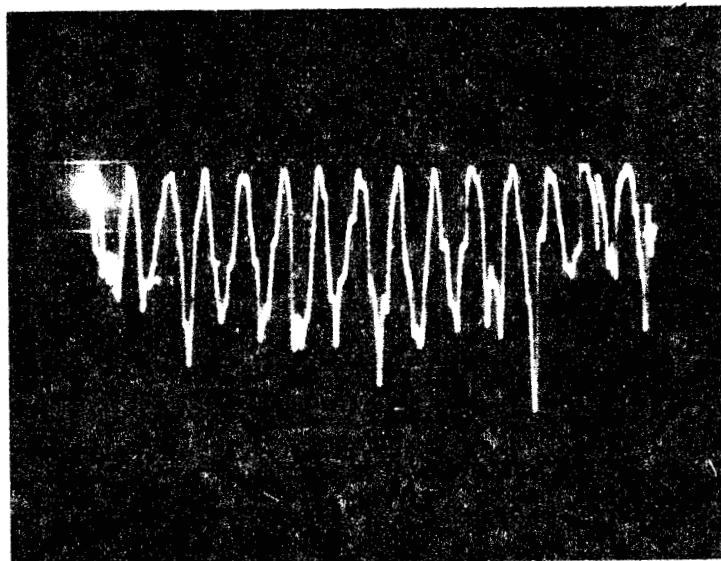


Fig. 12

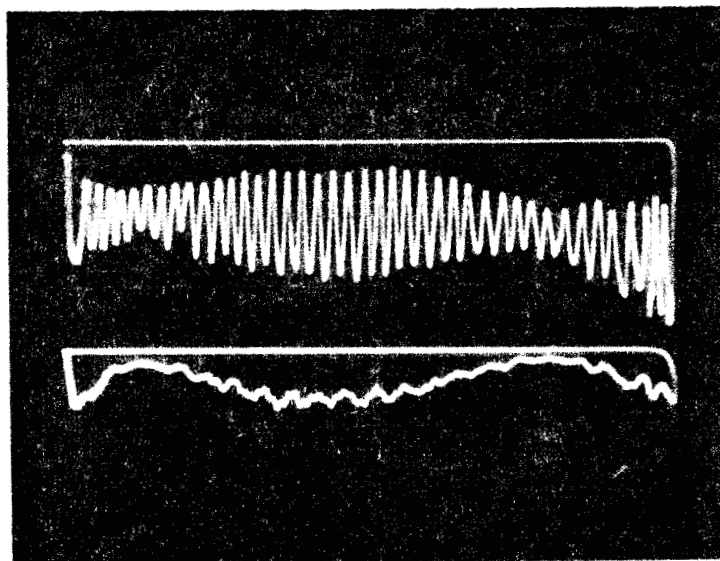


Fig. 13



III.3.2 Excitation d'un G.S.D - Etude de la transition.

Le G.S.D , construit dans le standard de la bande X (dimensions intérieures $a = 22,86$ mm ; $b = 10,16$ mm) est excité par une transition pyramidale (Fig.I4).

Ce standard est imposé à la fois par la fréquence inférieure de la gamme de fréquences de mesure: 8 GHz et par la granulométrie des échantillons.

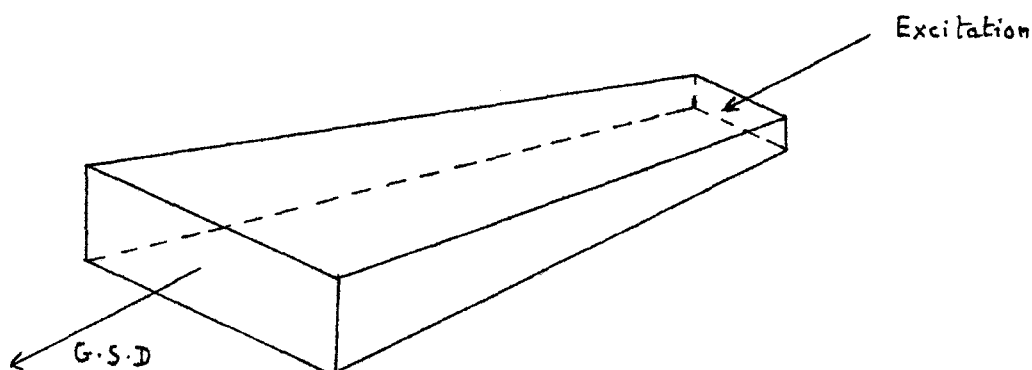


Fig. I4

La transition doit être très progressive, afin de ne pas avoir une rupture brutale de l'impédance d'onde; elle doit réaliser une adaptation entre les tronçons de guides.

On admet généralement (10)(13) que les pentes doivent être inférieures à 10° pour que la distribution d'amplitude du TE_{01} soit conservée.

Le tronçon de guide surdimensionné est fermé soit sur un court-circuit, soit sur une charge adaptée, soit sur une charge absorbante simulant le diélectrique.

Nous avons constaté l'existence, avec une amplitude notable, des modes TE_{02} et TM_{11} (en bande K): observation à l'aide d'un détecteur large bande (sonde aperiodique) placé au quart de la largeur du guide (fig.I5).

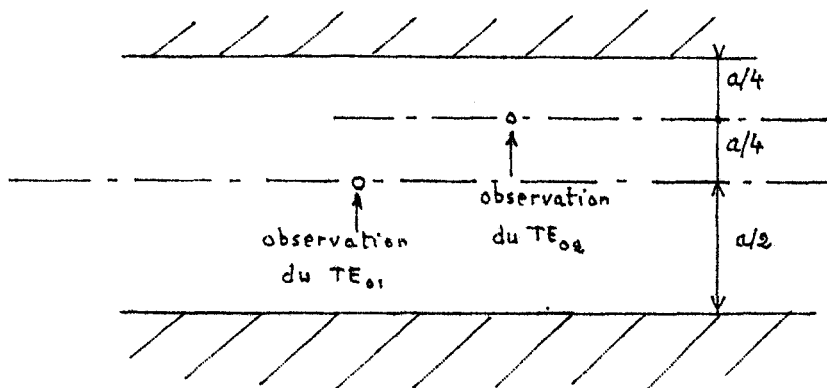


Fig.I5

De plus nous constatons que, pour certaines positions du court-circuit, la courbe de modulation de T.D.S présente certaines anomalies (pics de résonances).

On peut imaginer qu'elles sont dues à des résonances de modes supérieurs insuffisamment filtrés, dans le tronçon de G.S.D et la transition qui forment alors une cavité résonante (10)(14).

III.3.3 Filtrage des modes supérieurs.

Nous cherchons à propager uniquement le mode fondamental. Il faut alors filtrer les modes TE₀₂ et TM₁₁.

D'après la configuration du TE₀₂ (fig.I6), nous voyons qu'il peut être éliminé en disposant des charges absorbantes (film-card) sur les petits côtés du G.S.D.

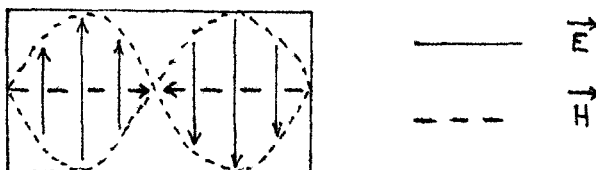


Fig.I6

Il est préférable de disposer ces charges absorbantes sur les petits côtés de la transition, le TE_{02} se trouvant ainsi absorbé au fur et à mesure qu'il se forme.

Quant au TM_{11} (fig. 17) on peut envisager son filtrage par un mica situé dans le plan central de la transition.

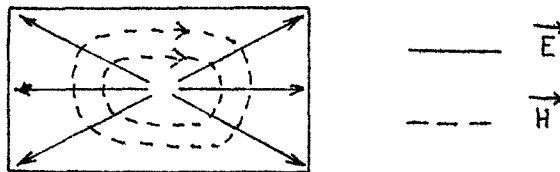


Fig.17

Ces deux filtrages ont été essayés, les résultats étaient satisfaisant quant à la forme d'ondes mais malheureusement la diminution d'amplitude du TE_{01} était beaucoup trop importante.

Après de nombreux essais sur des transitions différentes, cette solution de filtrage a été abandonnée au profit de la suivante: réalisation d'une double transition (fig.18 et 19).

Seule la dimension "a" détermine la longueur d'onde de coupure λ_c du mode fondamental. C'est donc sur la transition (3) que doivent se porter tous les soins de réalisation. La transition (2) est très courte, par contre (3) est d'une longueur suffisante pour réaliser une adaptation ($L \approx 15$ à $20 \lambda_g$).

Grâce à ce dispositif nous avons pu obtenir une forme d'ondes satisfaisante, ceci sans diminution notable du niveau de sortie.

Nous donnons ci-après (fig. 20 et 21) les oscillogrammes: modulation de T.O.S avant filtrage (transition pyramidale classique) et après filtrage (double transition).

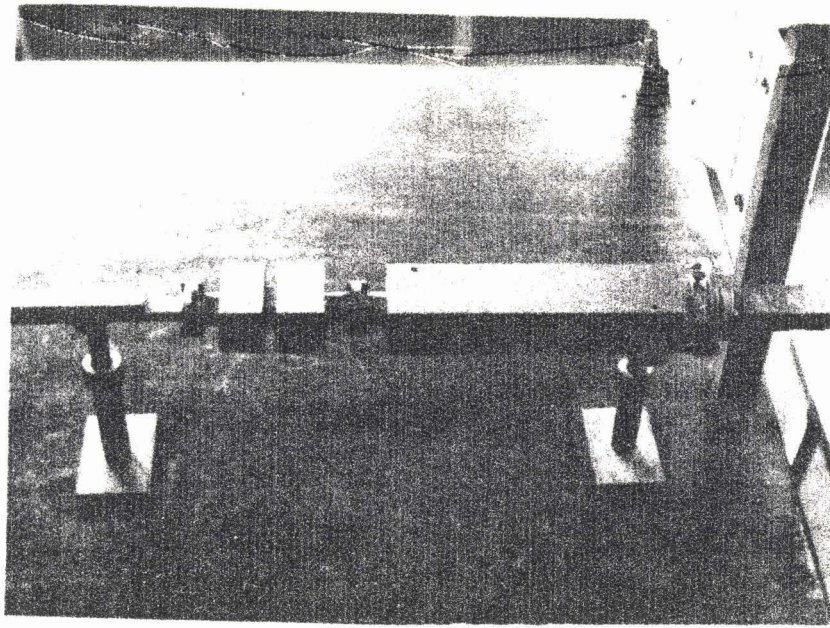
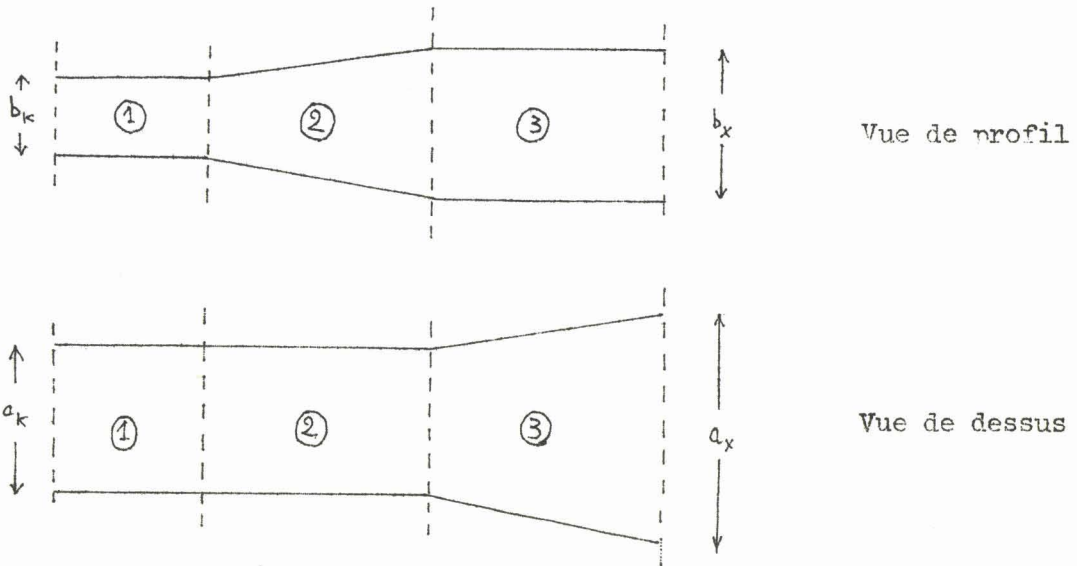


Figure 18



① : guide standard bande K

② : transition $\left\{ \begin{array}{l} a_k \rightarrow a_x \\ b_k \rightarrow b_x \end{array} \right.$

③ : transition $\left\{ \begin{array}{l} a_k \rightarrow a_x \\ b_x \rightarrow b_x \end{array} \right.$

Figure 19



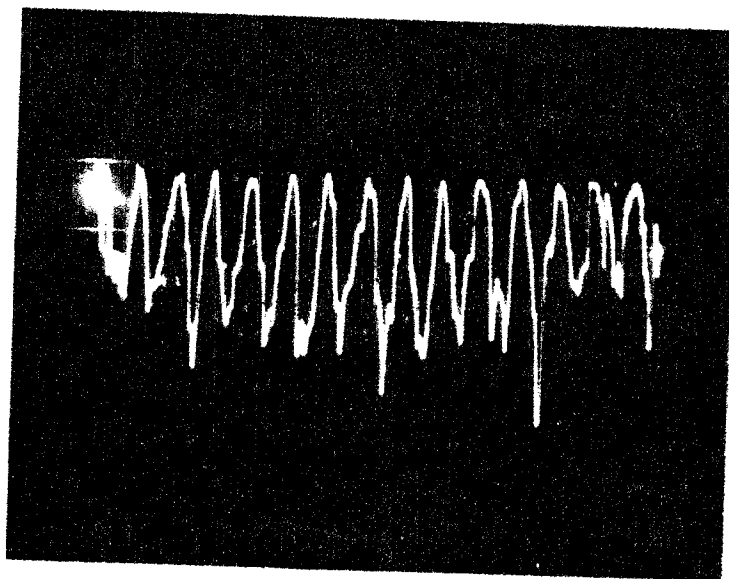


Fig. 20

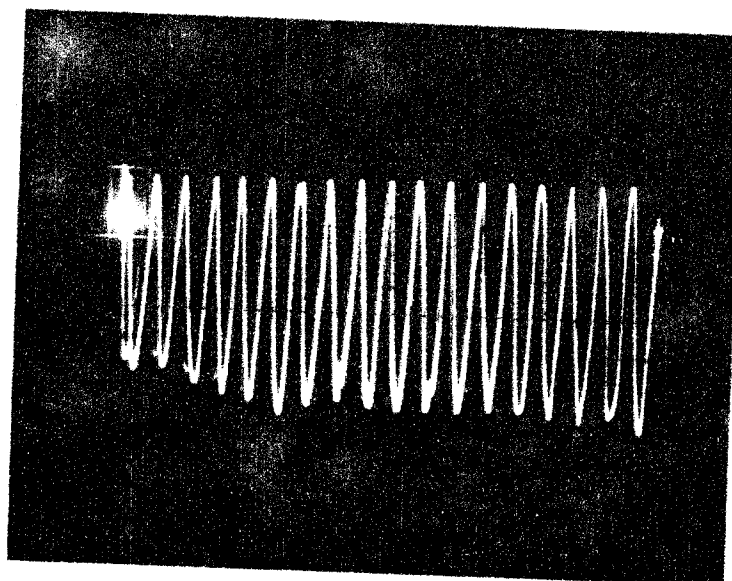


Fig. 21

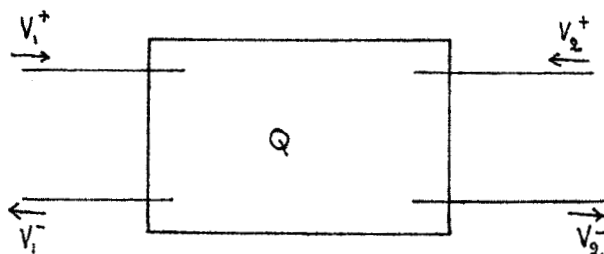
BUS
LIFE

Remarque: L'alignement des éléments du banc de mesure doit être très soigné. La moindre discontinuité entre les divers éléments du banc entraîne la création de résonances qui, évidemment, perturbent la forme d'ondes.

II L.3.4 Éléments S_{ij} de la matrice transmission de la transition.

a) Méthode de mesure.

Afin de concrétiser les résultats précédents quant à la validité de la transition utilisée, nous avons déterminé les éléments S_{ij} de la matrice transmission de ce quadripôle hyperfréquence.



$$V_1^- = S_{11} \cdot V_1^+ + S_{12} \cdot V_2^+ \quad (II)$$

$$V_2^- = S_{21} \cdot V_1^+ + S_{22} \cdot V_2^+ \quad (I 2)$$

$$S_{11} = \frac{V_1^-}{V_1^+} \quad \text{à } V_2^+ = 0 \quad : \text{ coefficient de réflexion du quadripôle (fermé sur charge adaptée)}$$

$$S_{22} = \frac{V_2^-}{V_2^+} \quad \text{à } V_1^+ = 0 \quad : \text{ id. en sens contraires}$$

$$S_{12} = \frac{V_1^-}{V_2^+} \quad \text{à } V_1^+ = 0 \quad : \text{ coefficients de transfert d'énergie}$$

$$S_{21} = \frac{V_2^-}{V_1^+} \quad \text{à } V_2^+ = 0$$

Supposons le quadripôle fermé sur une impédance z_2 ayant un coefficient de réflexion: $\rho_2 = V_2^+ / V_2^-$.

A partir de (I 2):

$$V_2^+ \left(-\frac{1}{\rho_2} - S_{22} \right) = S_{21} V_1^+$$

$$V_2^+ = \frac{S_{21} \rho_2}{1 - \rho_2 S_{22}} V_1^+$$

D'où (II):

$$V_1^- = S_{11} V_1^+ + S_{12} \frac{S_{21} \rho_2}{1 - \rho_2 S_{22}} V_1^+$$

Le coefficient de réflexion apparent du quadripôle est donc:

$$\rho = \frac{V_1^-}{V_1^+} = S_{11} + \frac{S_{12} S_{21} \rho_2}{1 - \rho_2 S_{22}}$$

Nous utilisons alors trois valeurs différentes de ρ_2 d'où détermination des S_{ij} :

- Si $\rho_2 = 0$ (charge adaptée) : $\rho_a = S_{11}$
- Si $\rho_2 = +1$ (circuit ouvert) : $\rho_o = S_{11} + \frac{S_{12} S_{21}}{1 - S_{22}}$
- Si $\rho_2 = -1$ (court-circuit) : $\rho_c = S_{11} + \frac{S_{12} S_{21}}{1 + S_{22}}$

Le quadripôle étant linéaire et passif on a $S_{12} = S_{21}$

A l'aide des trois mesures précédentes, nous pouvons déduire:

$$S_{22} = \frac{\rho_o + \rho_c + 2\rho_a}{\rho_o - \rho_c}$$

$$S_{12} = S_{21} = \sqrt{(\rho_o - \rho_c)(1 - S_{22})}$$

Le quadripôle étant à faibles pertes, nous avons aussi utilisé la méthode des tangentes. Les résultats se recourent.

b) Résultats expérimentaux.

Nous faisons figurer ici les résultats concernant le coefficient de réflexion du quadripôle fermé sur charge adaptée, et le coefficient de réflexion apparent du quadripôle fermé sur court-circuit (pertes d'insertion).

Coefficient de réflexion de la transition fermée sur charge adaptée.

f GHz	18	19	20	21	22	23	24	25	26
ρ_a	0,04	0,07	0,07	0,05	0,08	0,05	0,03	0,03	0,03

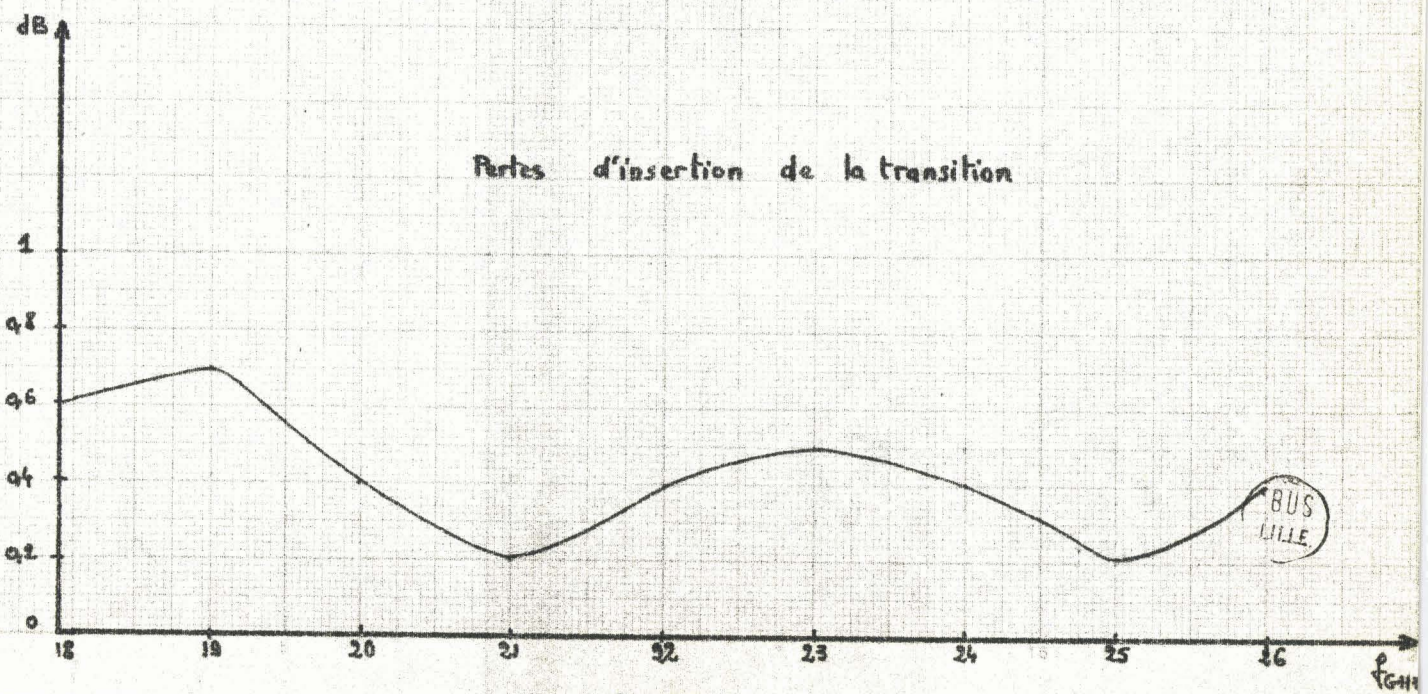
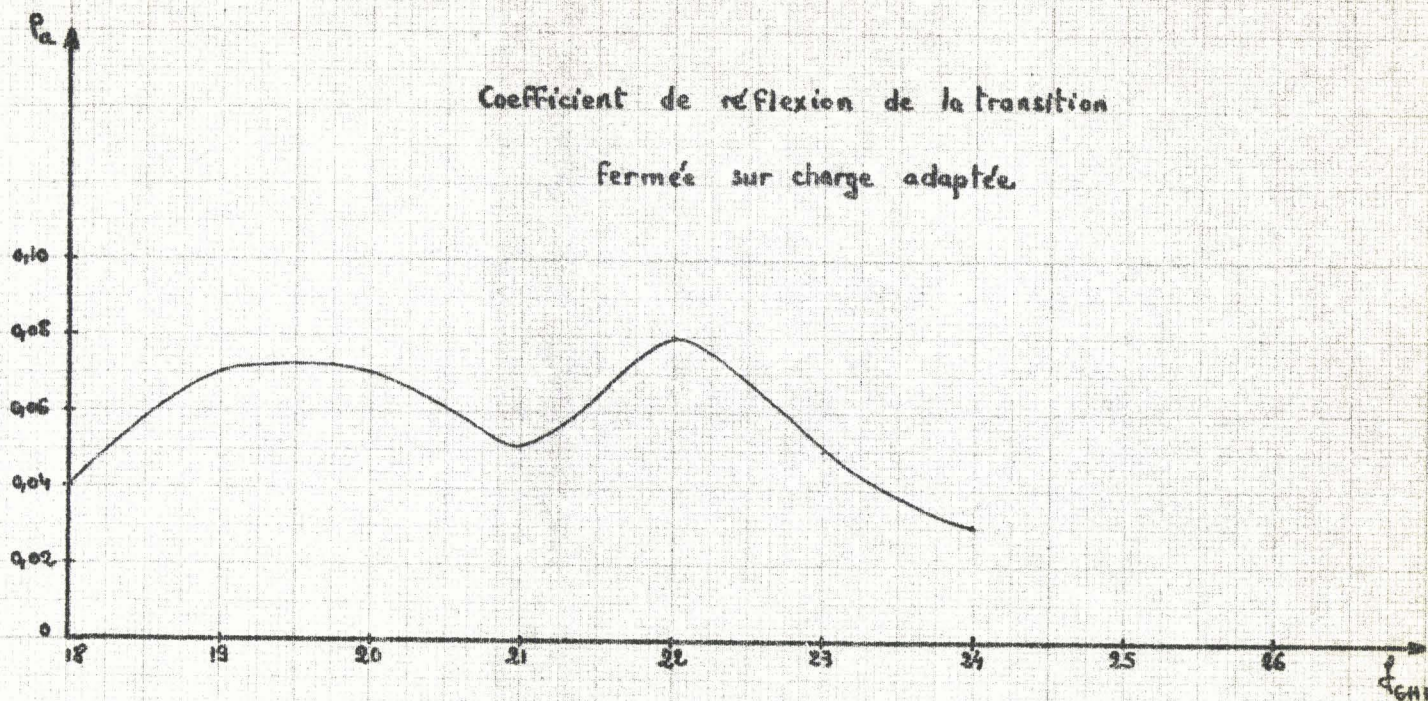
Pertes d'insertion.

f GHz	18	19	20	21	22	23	24	25	26
Δ_{dB}	0,6	0,7	0,4	0,2	0,4	0,5	0,4	0,2	0,4
ρ_c	0,94	0,93	0,96	0,98	0,96	0,95	0,96	0,98	0,96

Les courbes expérimentales sont représentées figure 22.

c) Conclusions.

Nous voyons que la transition est parfaitement valable sur toute la gamme de fréquences 18 - 26 GHz: elle présente un faible coefficient de réflexion à l'entrée et ce coefficient de réflexion est pratiquement constant. Les pertes d'insertion sont faibles et pratiquement constantes.



BUS
LILLE

III.4 Conclusions.

Le problème primordial posé par l'utilisation du G.S.D est la réalisation des diverses transitions.

Grâce au dispositif de wobulation des générateurs hyperfréquences utilisés, nous avons pu visualiser à l'oscilloscope la réponse d'un G.S.D à une excitation donnée, sur toute une bande de fréquences. Nous avons pu ainsi situer exactement les anomalies éventuelles et y remédier.

L'avantage majeur du G.S.D est sa bande de fréquences très large. En effet, plus on monte en fréquence, plus on se rapproche des conditions de la propagation libre, et il est alors évident que les problèmes technologiques (réalisation de transitions) deviennent moins difficiles à résoudre.

De plus on bénéficie d'une atténuation plus faible et pratiquement constante sur toute la gamme de fréquences.

Enfin nous pouvons grâce aux générateurs hyperfréquences wobulés, surveiller constamment la forme d'ondes.

DEUXIEME PARTIE

=====

SUR LES PROPRIETES DE L'ADMITTANCE D'ENTREE
D'UNE CELLULE GUIDE D'ONDES REMPLIE DE
DIELECTRIQUE , A LARGE BANDE DE FREQUENCES .

INTRODUCTION

Pour étudier de façon correcte, à large bande de fréquences, les variations de l'admittance d'entrée d'une cellule guide d'ondes remplie de diélectrique par la méthode du G.S.D, en vue d'obtenir la valeur de la permittivité complexe ϵ^* , il est indispensable:

1°) de vérifier que les effets des perturbations
- modes parasites, résonances, etc.... - sont négligeables.

2°) de faire des mesures à des fréquences privilégiées: celles pour lesquelles le module du coefficient de réflexion R_{bb} , à l'entrée de la cellule de mesure est minimum, ce qui permet d'obtenir sans abaque les composantes B et A liées à la permittivité complexe du diélectrique (1) et de certifier que l'on effectue la meilleure mesure possible sur le produit (2).

I / COURBES OBSERVEES - METHODE DE DEPUILEMENT DES MESURES .

I.1 Courbes visualisées.

Pour une propagation valable, sans perturbations importantes, on visualise, sur une bande de fréquences donnée, le module du coefficient de réflexion R_{bb} , ainsi que le T.O.S présentés par la cellule (fig. 23)

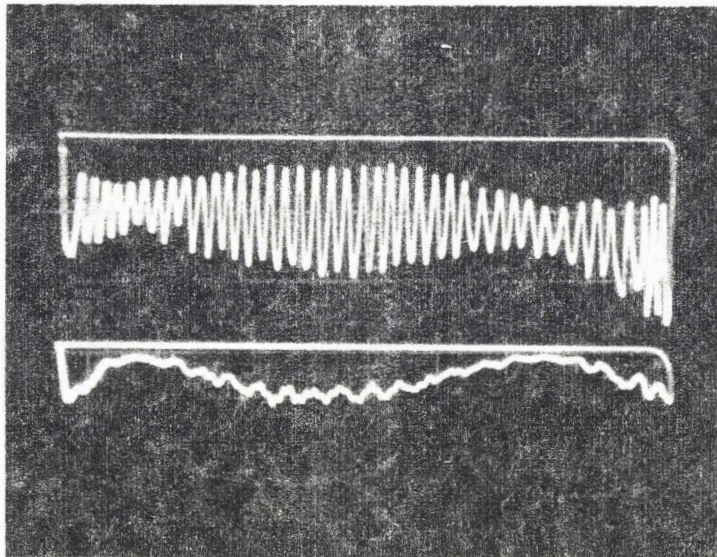


Fig. 23

Il a été montré (I) que le module R_{bb} , présente, pour une cellule de longueur h court-circuitée, des valeurs minimales et maximales pour $h \neq (\varphi + 1) \frac{\lambda_g}{4}$ et $h \neq m \frac{\lambda_g}{2}$.

Le lieu du coefficient de réflexion présenté par la cellule de mesure dans un abaque de Smith, à fréquence variable, est une pseudo-spirale (Cf I^o partie p:11 fig.4 et figure 24), et son module (signal détecté) peut être schématisé figure 25.

Pour une bande de fréquences donnée, un diélectrique donné, on obtient et visualise à l'oscilloscope (information de sortie du réflectomètre) par exemple deux ou plusieurs minima H_5 et H_7 et deux maxima H_4 et H_6 .

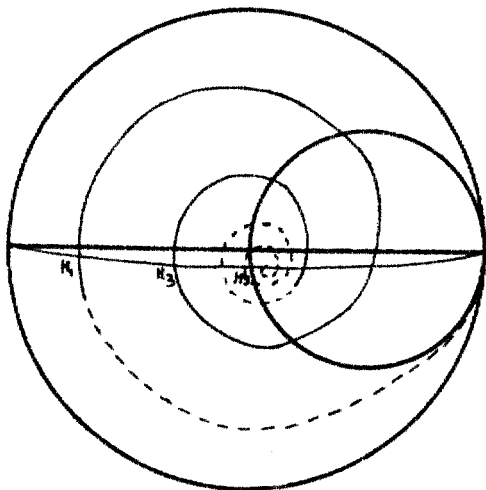


Fig. 24

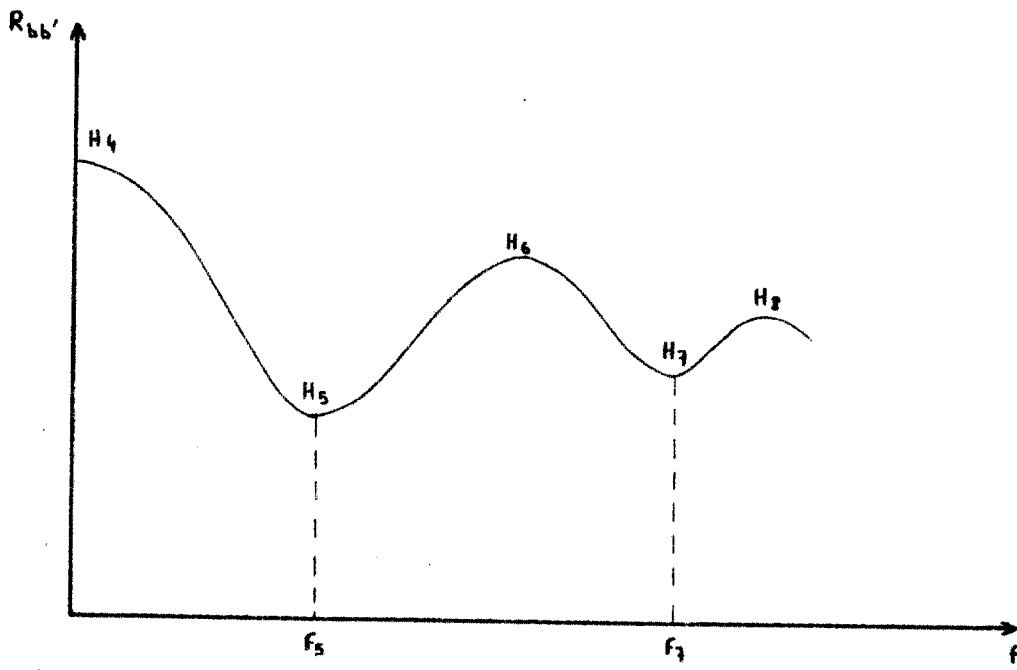


Fig. 25



I. 2 Indétermination sur le système d'ondes stationnaires existant dans la cellule de mesure.

Nous savons que dans une bande de fréquences donnée, $\epsilon'(f)$ est une fonction lentement décroissante de la fréquence. Nous admettons qu'il n'y a pas de résonances de domaines dans cette bande de fréquences.

Nous avons tracé, pour chaque cellule utilisée, et pour des fréquences f telles que $7 \text{ GHz} \leq f \leq 26 \text{ GHz}$, un abaque $\epsilon' = \epsilon'(f)$, le paramètre étant $\lambda'_g = \frac{4h}{2p + 1}$.

Nous donnons figure 26 deux abaques $\epsilon' = \epsilon'(f)$, pour deux hauteurs de cellules différentes.

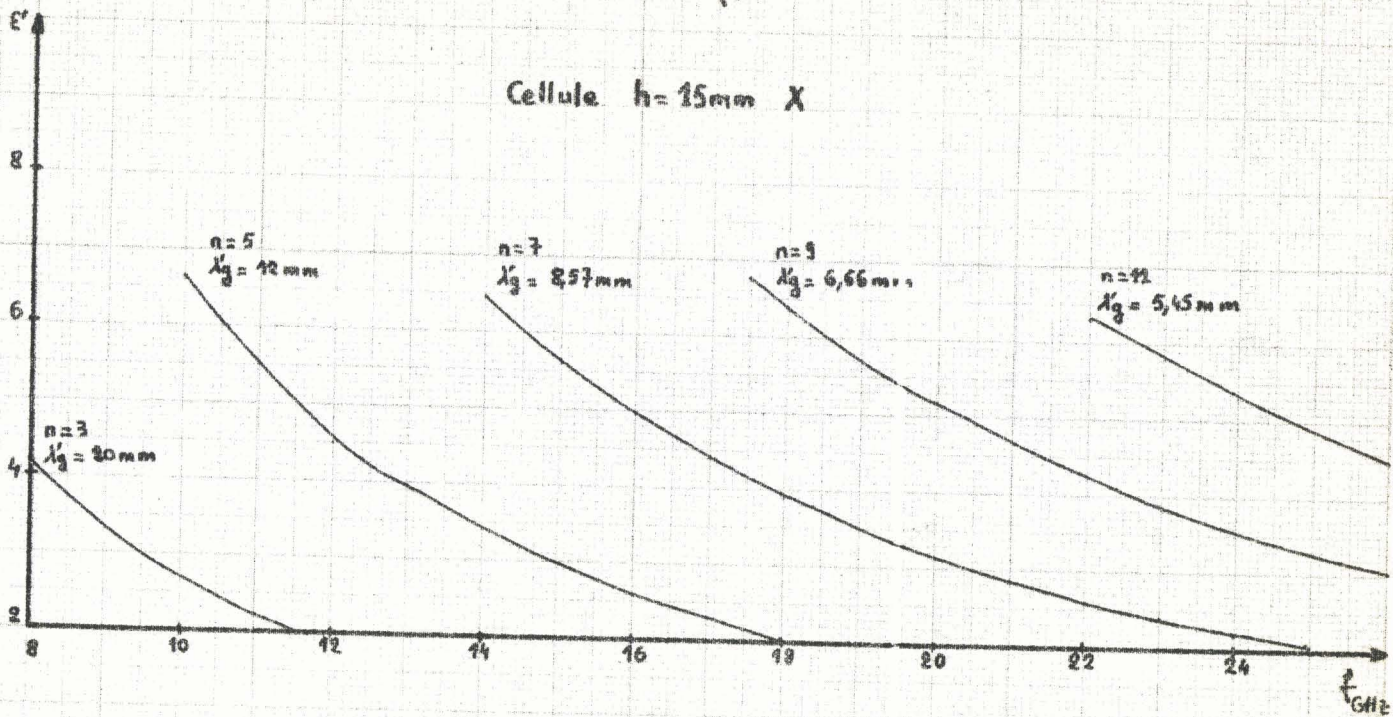
Nous remarquons qu'à une fréquence donnée correspondent plusieurs valeurs possibles de ϵ' , chaque valeur étant liée à $\lambda'_g = \frac{4h}{2p + 1}$ ou ce qui est équivalent (h fixe) au paramètre $2p + 1$.

Une incertitude est par conséquent possible. Le chercheur peut choisir un système d'ondes stationnaires comme existant à l'intérieur de la cellule et donc la valeur du numéro du minimum ou du maximum de R_{bb} , et ce numéro d'ordre supposé peut être erroné.

Cependant (compte tenu du fait que $\epsilon'(f)$ décroît lentement quand la fréquence augmente, et que l'on dispose souvent d'informations basses fréquences) pour une hauteur de cellule donnée h , un diélectrique donné, la connaissance des fréquences f_5 et f_7 correspondant à H_5 et H_7 (fig. 25) permet souvent de lever totalement l'indétermination.

Précisons que les indices 5 et 7 correspondent au paramètre $2p + 1$ $h \neq (2p + 1) \frac{\lambda'_g}{4}$.
Ils caractérisent le nombre de $\frac{\lambda'_g}{4}$ existant dans la cellule de mesure.

$$\epsilon' = \epsilon'(f)$$



$$\epsilon' = \epsilon'(f)$$

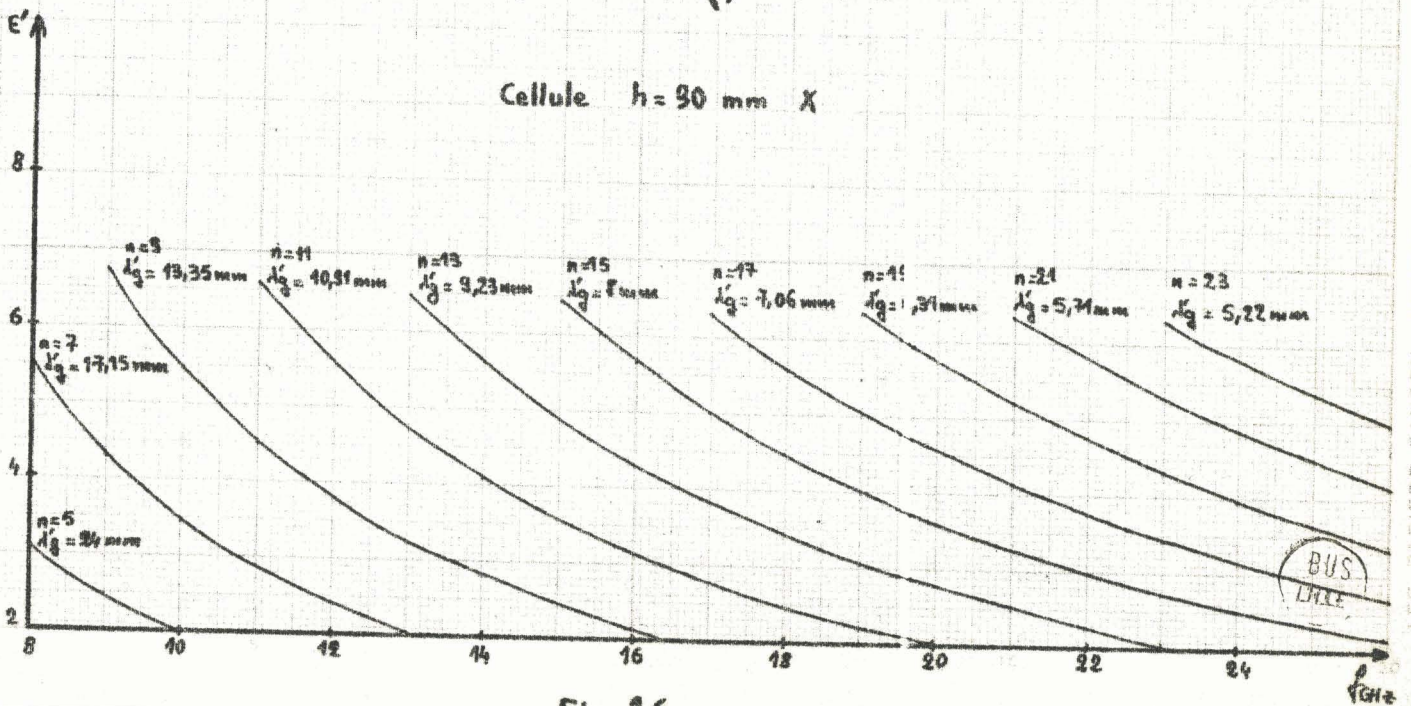


Fig. 26

BUS
LHLL

Exemple: supposons que l'on visualise deux valeurs minimales du coefficient de réflexion pour $f = 19$ GHz et $f = 22$ GHz (cellule $h = 30$ mm).

L'abaque correspondant à cette cellule (fig. 26) fournit les couples de valeurs possibles pour ξ' :

1	$f = 19$ GHz	$2p + I = 11$	$\xi' = 2,20$
	$f = 22$ GHz	$2p + I = 13$	$\xi' = 2,26$
2	$f = 19$ GHz	$2p + I = 13$	$\xi' = 3,03$
	$f = 22$ GHz	$2p + I = 15$	$\xi' = 3$
3	$f = 19$ GHz	$2p + I = 15$	$\xi' = 4$
	$f = 22$ GHz	$2p + I = 17$	$\xi' = 3,74$

1 ne convient pas: ξ' croît quand f croît

3 ne convient pas: ξ' décroît trop vite

2 convient

Les numéros des minima sont donc dans ce cas: 13 et 15 ; fréquences f_{13} et f_{15} .

I.3 Indétermination sur la phase du minimum de coefficient de réflexion.

Une deuxième incertitude est possible quant à la phase du minimum de coefficient de réflexion (position de H_{2p+I} à droite ou à gauche de I sur l'abaque de Smith).

Pratiquement, le sens des variations du T.O.S correspondant à H_7 par rapport à celui correspondant à H_5 (fig. 25) permet de lever cette indétermination.

En effet, on remarque que si le T.O.S diminue en passant de f_5 à f_7 (correspondant à H_5 et H_7), nous nous trouvons à gauche de la charge adaptée (phase d'un circuit ouvert); si le T.O.S augmente, nous nous trouvons à droite de la charge adaptée (phase d'un court-circuit) (Cf abaque de Smith).

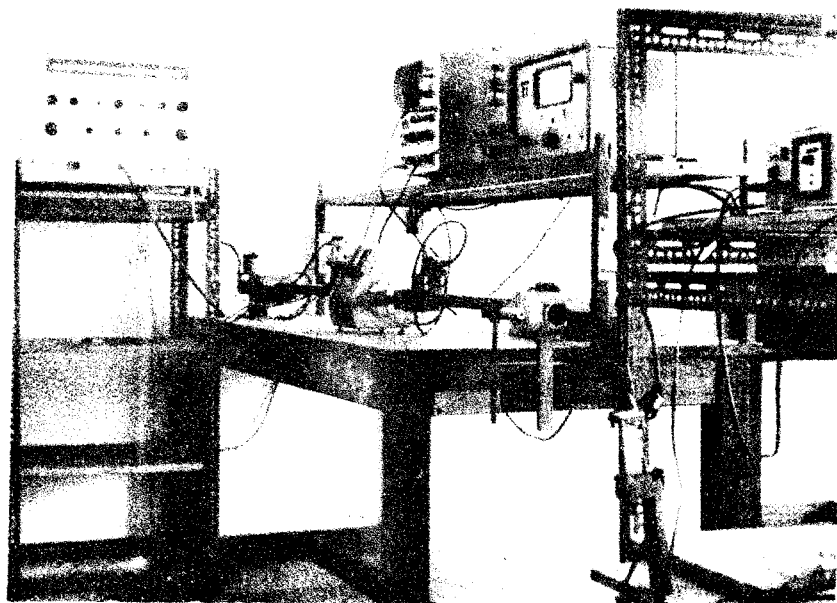
II / METHODE DE MESURE DE ϵ^* .

II.I Constitution du dispositif de mesure.

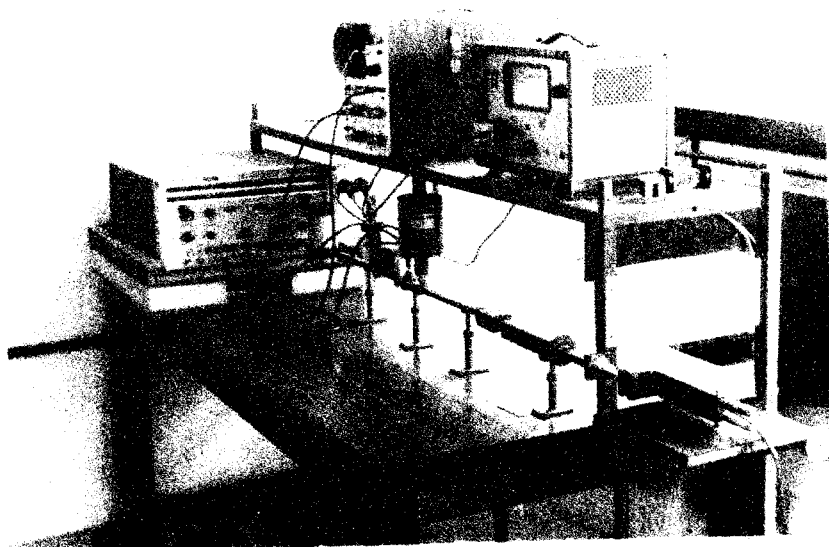
La constitution générale d'un dispositif de mesure est représentée I° partie, p: 27, fig.II.

Nous disposons dans chacune des bandes de fréquences X, P, K, de tels dispositifs comportant un générateur wobulé, réglé intérieurement ou extérieurement d'où puissance de sortie constante sur chaque bande de fréquences, et nous sommes donc assurés que toutes les variations du coefficient de réflexion qui apparaissent ne sont dues qu'au diélectrique à mesurer ou à des coefficients de réflexion parasites. Nous trouvons ensuite un système de détection (T.O.S et réflectomètre), la transition, un dispositif de court-circuit et la cellule de mesure (fig. 27).

Une cellule de mesure guide d'ondes, standard bande X, est représentée figure 28.



Banc de mesure bande X (8,2 - 12,4 GHz)



Banc de mesure bande K (18 - 26 GHz)



Fig. 27

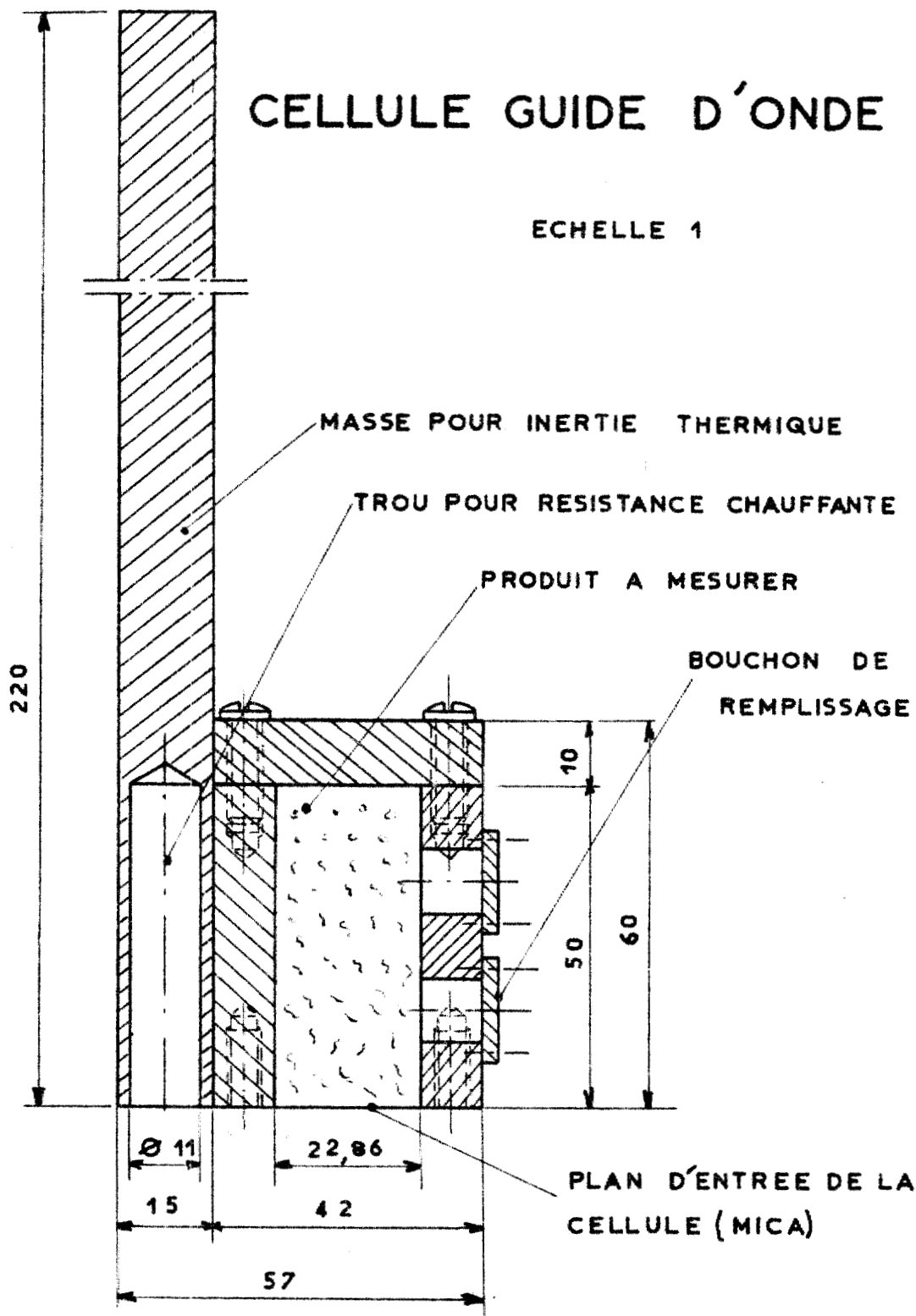


Fig. 28



II.2 Contrôle des anomalies de propagation: étude dynamique de l'admittance d'entrée de la cellule de mesure.

Dans un premier stade, nous visualisons sur une bande de fréquences donnée, le module du coefficient de réflexion R_{bb} , et le T.O.S présentés par la cellule (Cf fig. 23).

Nous repérons à l'aide de marqueurs, les fréquences pour lesquelles le coefficient de réflexion présente des valeurs minimales: soient f_5 et f_7 ces fréquences.

II.3 Etude statique: mesure de l'admittance d'entrée de la cellule à fréquence fixe.

Ayant repéré les fréquences f_5 et f_7 , la mesure consiste à arrêter la wobulation, et, aux fréquences f_5 puis f_7 , à faire une mesure de coefficient de réflexion à partir de l'énergie réfléchiée sur la cellule et sur un court-circuit de référence.

En pratique on utilise un atténuateur variable étalonné, d'où une mesure directe de l'atténuation introduite par le diélectrique et on déduit directement le coefficient de réflexion et le T.O.S présentés par la cellule de mesure (fig. 29).

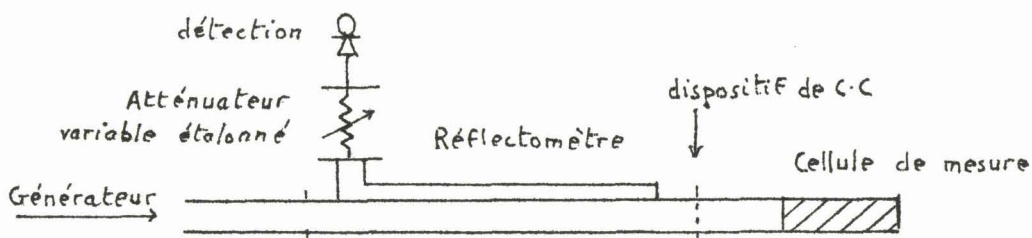


Fig. 29

Remarques sur la technique de mesure.

1°) Le dispositif étant fermé sur la cellule, à l'aide de l'atténuateur variable, nous affichons un niveau convenable sur l'appareil de détection (milli ou microvoltmètre). Cette valeur de l'atténuation est A dB.

Puis, nous plaçons le court-circuit de référence dans le plan d'entrée de la cellule et nous réglons l'atténuateur variable de façon à retrouver le même niveau détecté que précédemment: l'atténuateur indique B dB.

L'atténuation présentée par le diélectrique est par conséquent (B - A) dB, on en déduit directement (calcul ou graphique) le T.D.S présenté par la cellule de mesure.

2°) Remarquons que l'atténuateur variable doit être de préférence placé dans la branche de détection du réflectomètre, et non pas dans la branche transmission du faisceau principal afin que l'énergie délivrée par le générateur et arrivant sur la cellule ou le court-circuit soit toujours identique (15).

3°) La mesure des fréquences f_5 et f_7 s'effectue à l'aide d'un fréquencesmètre à large bande.

On dispose de deux informations:

- la fréquence mesurée fournit λ_g , $l - d$, λ'_g et B
- A est obtenu à partir du coefficient de réflexion (ou du T.D.S) par la relation (8).

A et B sont ainsi connus d'où calcul de ϵ' et ϵ'' par les relations classiques (6) p:5).

II.4 Exemple de dépouillement de mesures.

a) Les éléments d'une feuille de dépouillement sont donnés ci-dessous.

- Mesure des fréquences f_1 et f_2

$$\Rightarrow \left\{ \begin{array}{l} 1 / \text{détermination de } \lambda_g \text{ et } (I - d) \\ 2 / \text{détermination par abaque de } \epsilon', \lambda'_g, n = 2p + 1 \\ 3 / \text{calcul de } B = \frac{\lambda_g}{\lambda'_g} \end{array} \right.$$

- Mesure de l'atténuation introduite par le diélectrique

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{sur C.C : } B \text{ dB} \\ \text{sur cellule: } A \text{ dB} \end{array} \right. \Rightarrow \Delta_{\text{dB}} = (B - A)_{\text{dB}}$$

$S = \dots$ Sens de variation de S en fonction de la
 fréquence \Rightarrow à gauche ou à droite de la charge adaptée
 \Rightarrow calcul de $A \Rightarrow$ calcul de ϵ'' .

Une feuille de dépouillement est jointe ci-après.

b) Nous donnons en annexe un exemple de dépouillement complet.

MATERIAUX HETEROGENES

MESURE DE ϵ^* CELLULE CC MODE TE

Substance :

Date

Etat :

Température :

cellule h : mm

Déterminer les fréquences f_1, f_2 pour lesquelles la cellule de profondeur h donne un coefficient de réflexion minimum.

$f_1 =$
 atténuation CC :
 Produit :

Δ dB =

Gauche Droite

$f_1 \rightarrow$ | $\epsilon' =$
 $n =$
 $\lambda' g =$

Δ dB \rightarrow S *

$g = S =$ Droite
 $= \frac{I}{S} =$ Gauche

f_1 | $\lambda_g =$
 | I - d =

$B = \frac{\lambda_g}{\lambda' g} =$ $B^2 =$

$\frac{g}{B} = \text{th } n \frac{\pi}{2} \frac{A}{B} =$
 $n \frac{\pi}{2} \frac{A}{B} =$
 $\frac{A}{B} =$
 $\epsilon''_f = 2 \frac{A}{B} B^2$
 $\epsilon'' = \epsilon''_f (I - d) =$

$f_2 =$
 Atténuation CC :
 Produit :

Δ dB =

Gauche Droite

$f_2 \rightarrow$ | $\epsilon' =$
 $n =$
 $\lambda' g =$

Δ dB \rightarrow S =

$g = S =$ Droite
 $= \frac{I}{S} =$ Gauche

f_2 | $\lambda_g =$
 | I - d =

$B = \frac{\lambda_g}{\lambda' g} =$ $B^2 =$

$\frac{g}{B} = \text{th } n \frac{\pi}{2} \frac{A}{B} =$
 $n \frac{\pi}{2} \frac{A}{B} =$
 $\frac{A}{B} =$
 $\epsilon''_f = 2 \frac{A}{B} B^2 =$
 $\epsilon'' = \epsilon''_f (I - d) =$



III / CONTROLE DES DISPOSITIFS DE MESURE A PARTIR DE DIELECTRI-
QUES LIQUIDES PRIS COMME ETALONS SECONDAIRES .

Nous avons mesuré de 7 GHz à 26 GHz la permittivité complexe de corps simples liquides dont on connaît la permittivité aux fréquences considérées.

Les mesures ont été faites par deux méthodes:

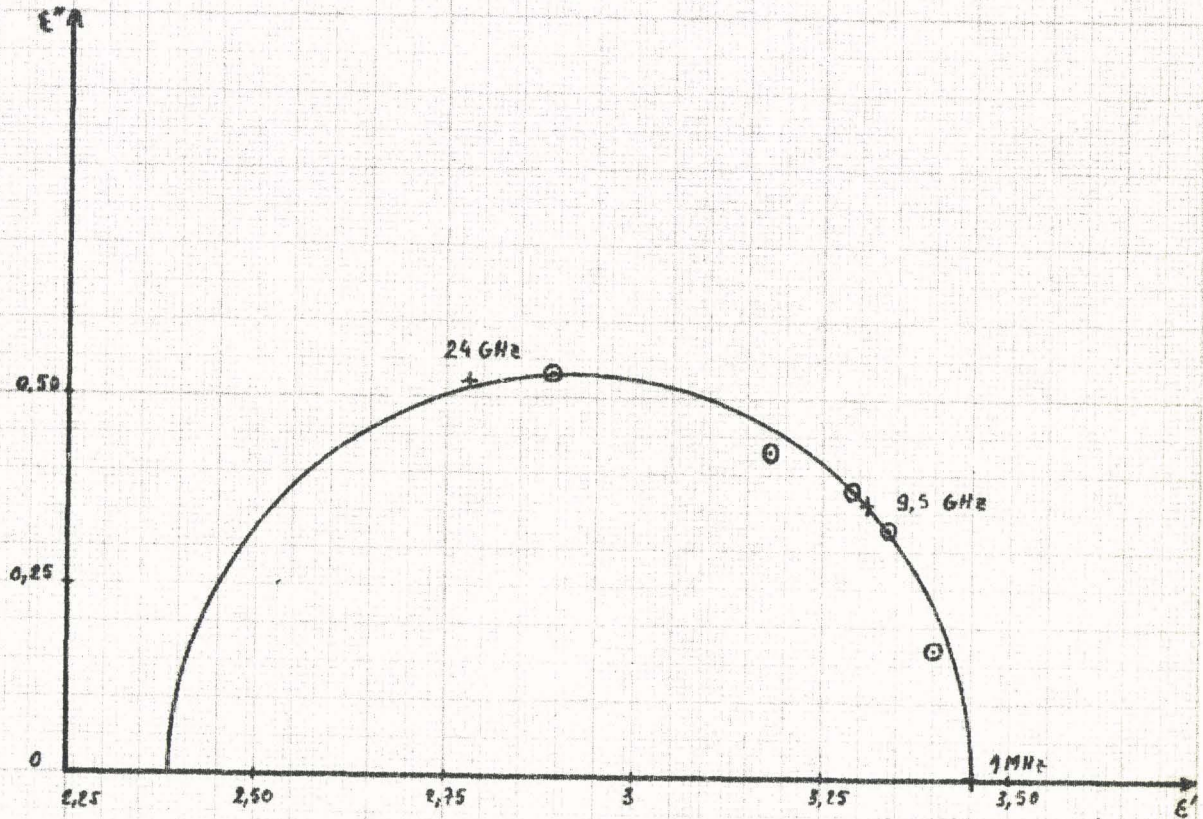
- la méthode "fréquence fixe - hauteur variable" : autant de cellules que de bancs de mesure.
- la méthode "hauteur fixe - fréquence variable" : une cellule unique sur tous les bancs de mesure; utilisation des transitions guide-guide (méthode du G.S.D).

Nous constatons une bonne concordance des résultats de mesure:
pratiquement 1% sur ξ' .
pratiquement 2% sur ξ'' .

Nous donnons ici les résultats pour le trichloroéthylène, à 25°C: tracé du diagramme de Cole et Cole par les deux méthodes de mesure (fig.3).

Diagramme de Cole et Cole

Trichloroéthylène 25°C



+ fréquence fixe - hauteur variable

⊙ hauteur fixe - fréquence variable

Fig. 30



TROISIEME PARTIE

=====

PROPRIETES ELECTRIQUES DES GELS DE SILICE

DE 7 A 40 GHz.



Introduction.

L'étude aux hautes fréquences des diélectriques poreux a été entreprise dans le but de préciser le comportement des surfaces actives et en particulier de l'eau adsorbée : détermination du mode de fixation de l'eau sur le squelette (nature des liaisons); étude de la variation des propriétés diélectriques en fonction de la concentration en eau, et détermination de l'énergie d'activation des phénomènes considérés.

Nous avons choisi d'étudier des gels de silice partiellement hydratés (3,5% , 5,3% , 8,7% , **10,9%** , 15% en poids H_2O), dont l'étude en basses fréquences a été réalisée et publiée (16).

Les spectres hertziens de ces gels ont été tracés à différentes températures : $-75^{\circ}C$, $-50^{\circ}C$, $-25^{\circ}C$, $0^{\circ}C$, $+25^{\circ}C$, $+50^{\circ}C$, $+75^{\circ}C$.

I / RESULTATS EXPERIMENTAUX.

I. I Spectres hertziens.

Les résultats de nos mesures sont consignés dans les tableaux " mesures H.F " Annexe 2 .

Les graphiques 31 , 32 , 33 , 34 , 35 sont relatifs aux tracés de ϵ'' en fonction de la fréquence. La partie B. F de ces spectres, obtenue à partir de l'étude d'un échantillon unique placé dans une cellule coaxiale est donnée sur les mêmes graphiques.

Fig. 31

Gel de silice 3,5% H₂O

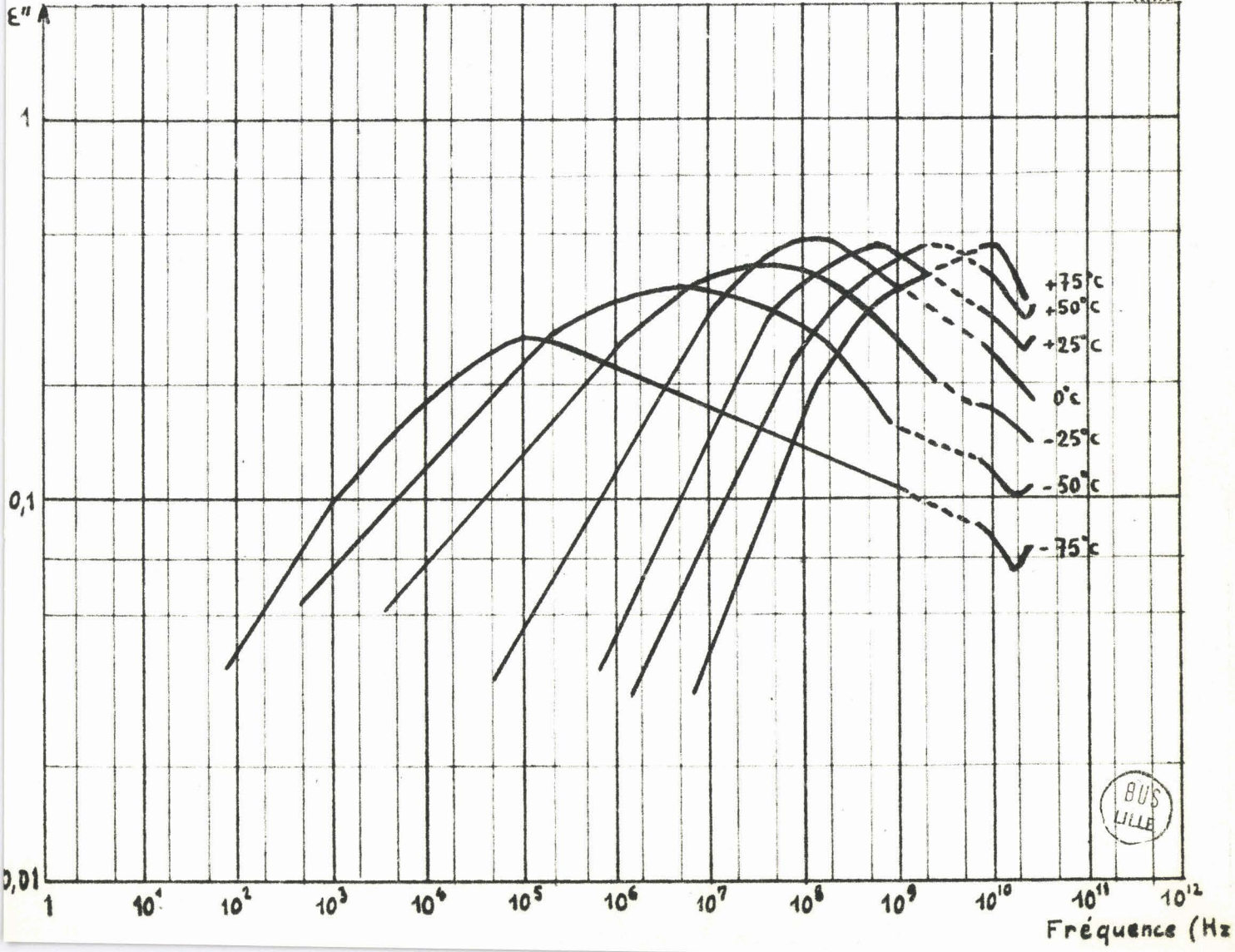
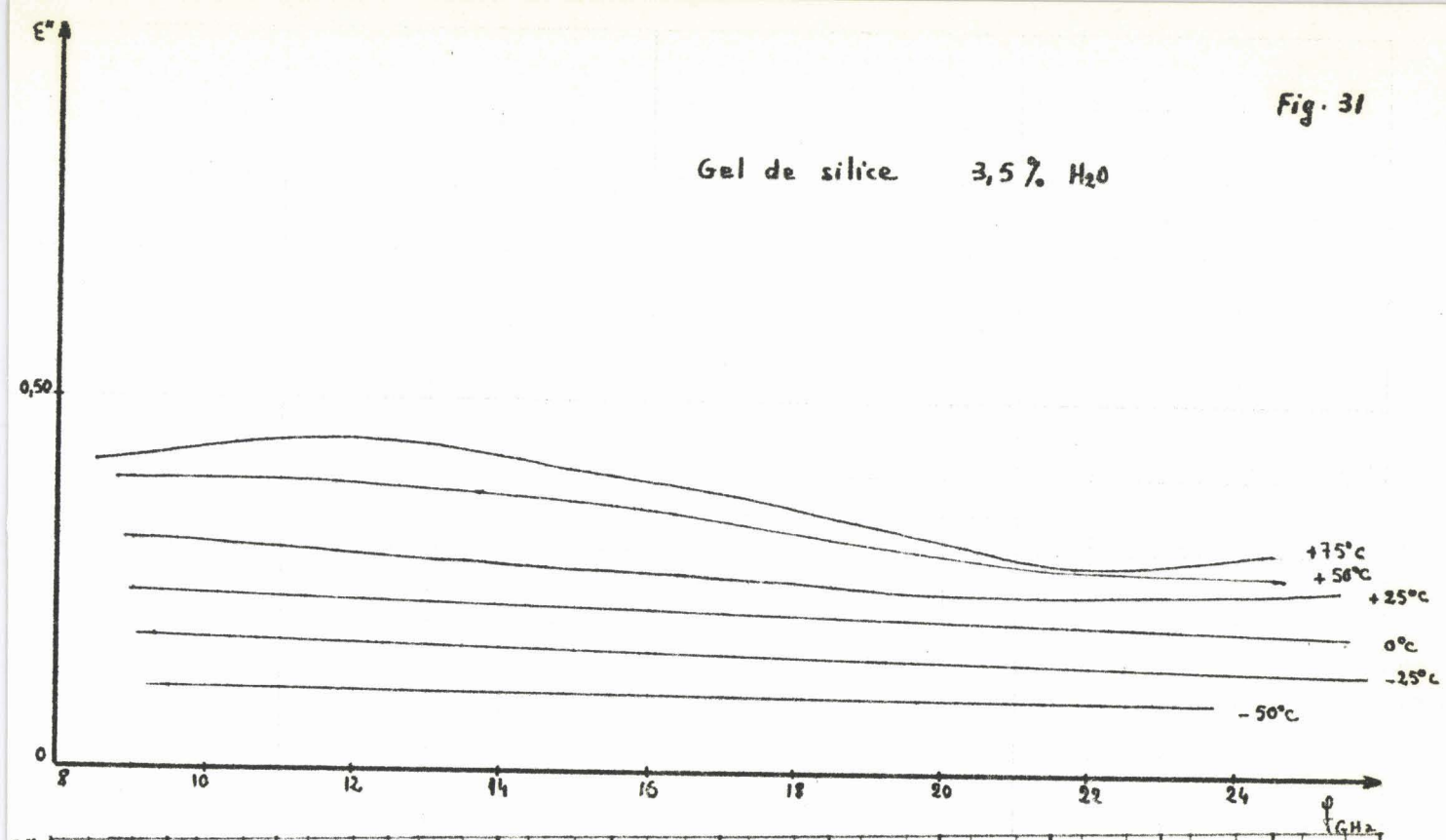


Fig. 32

Gel de silica 5,3% H₂O

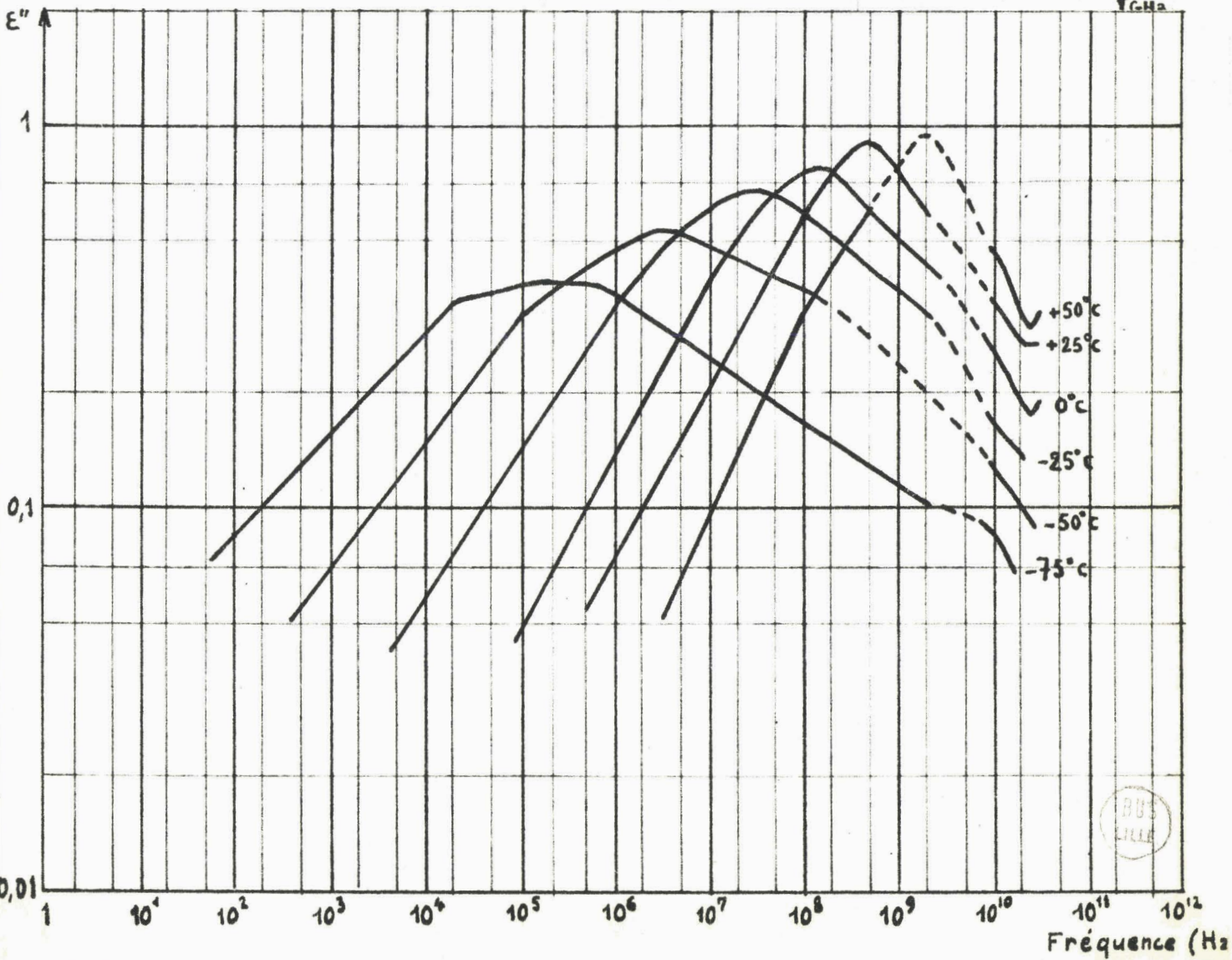
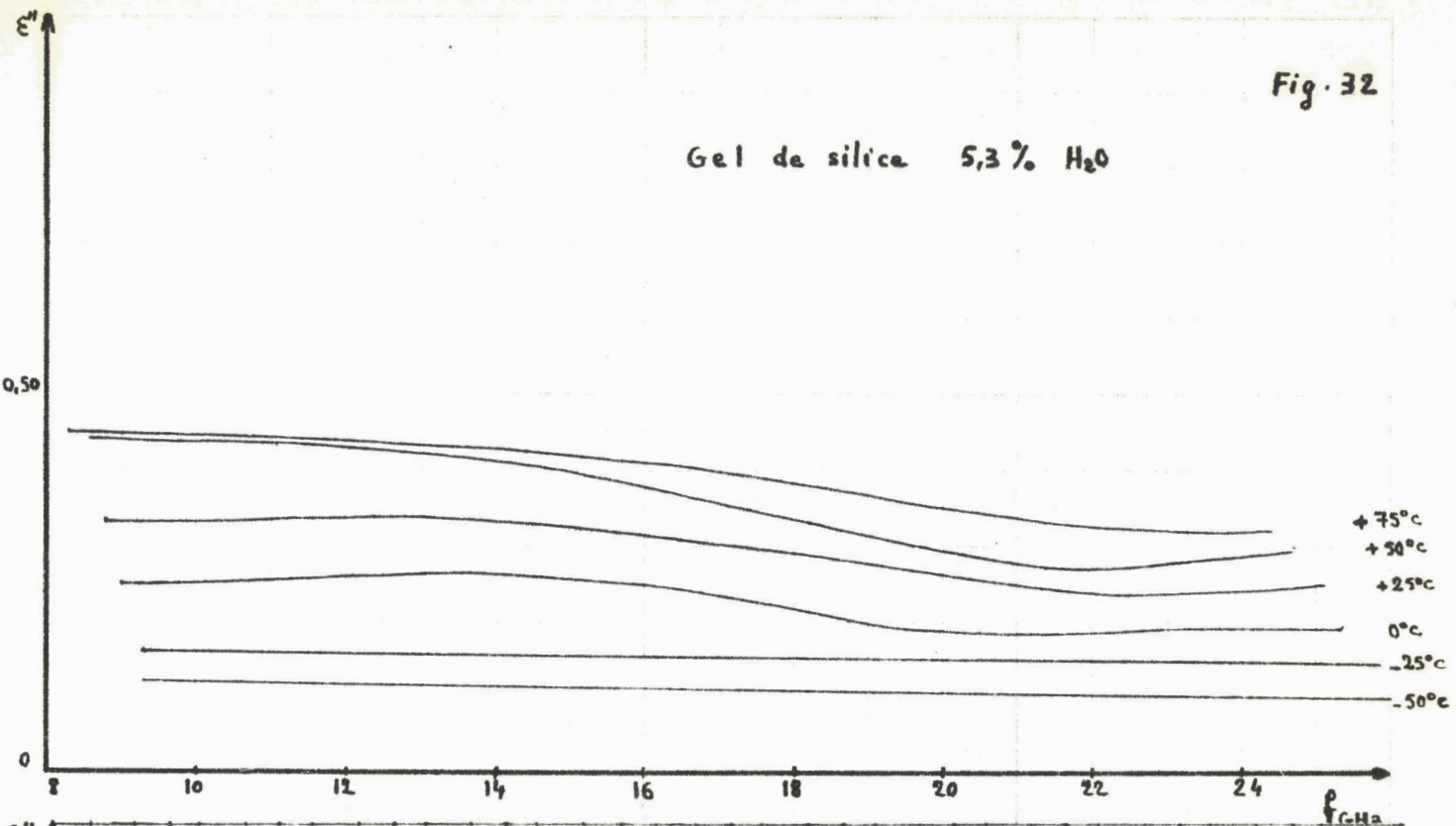
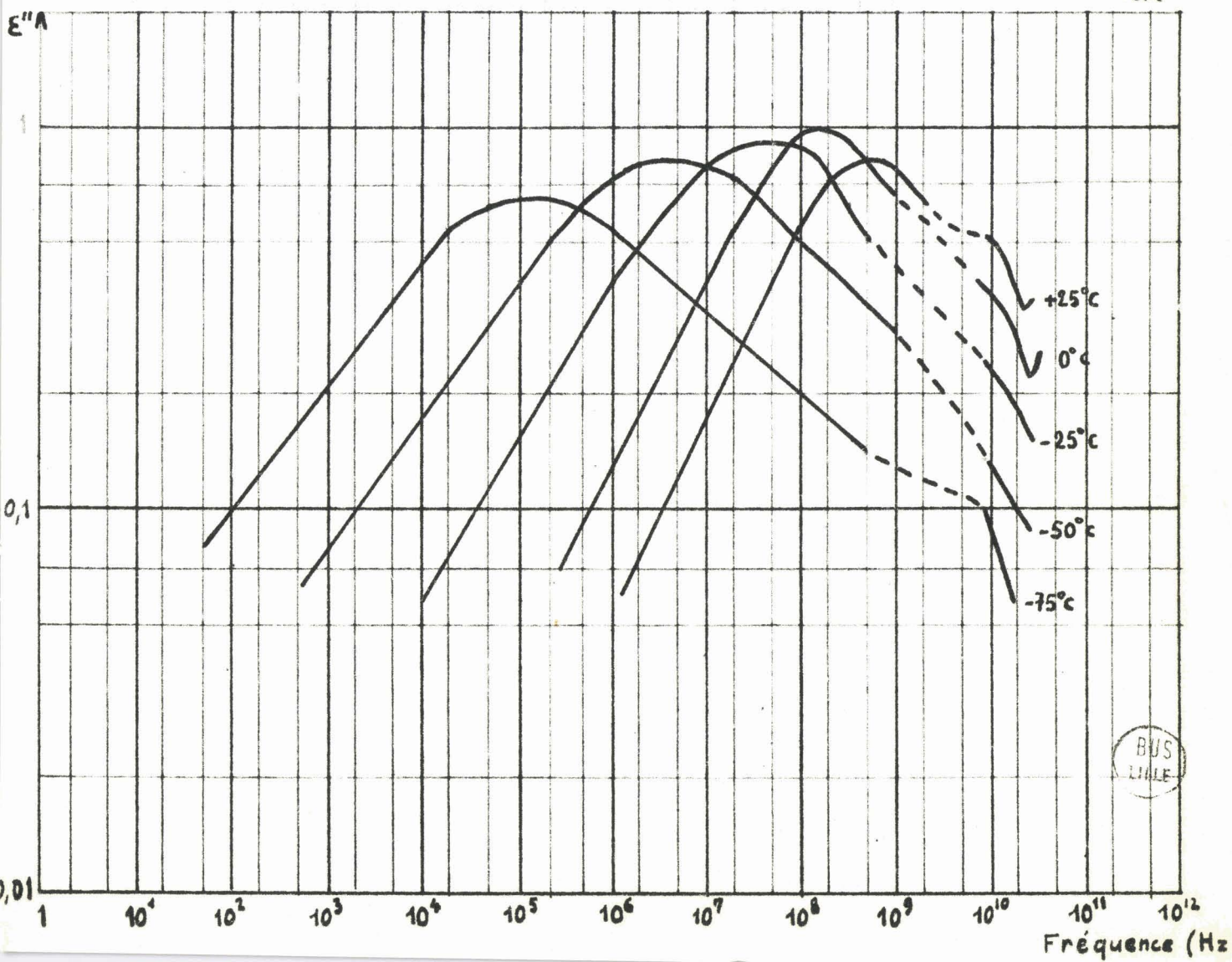
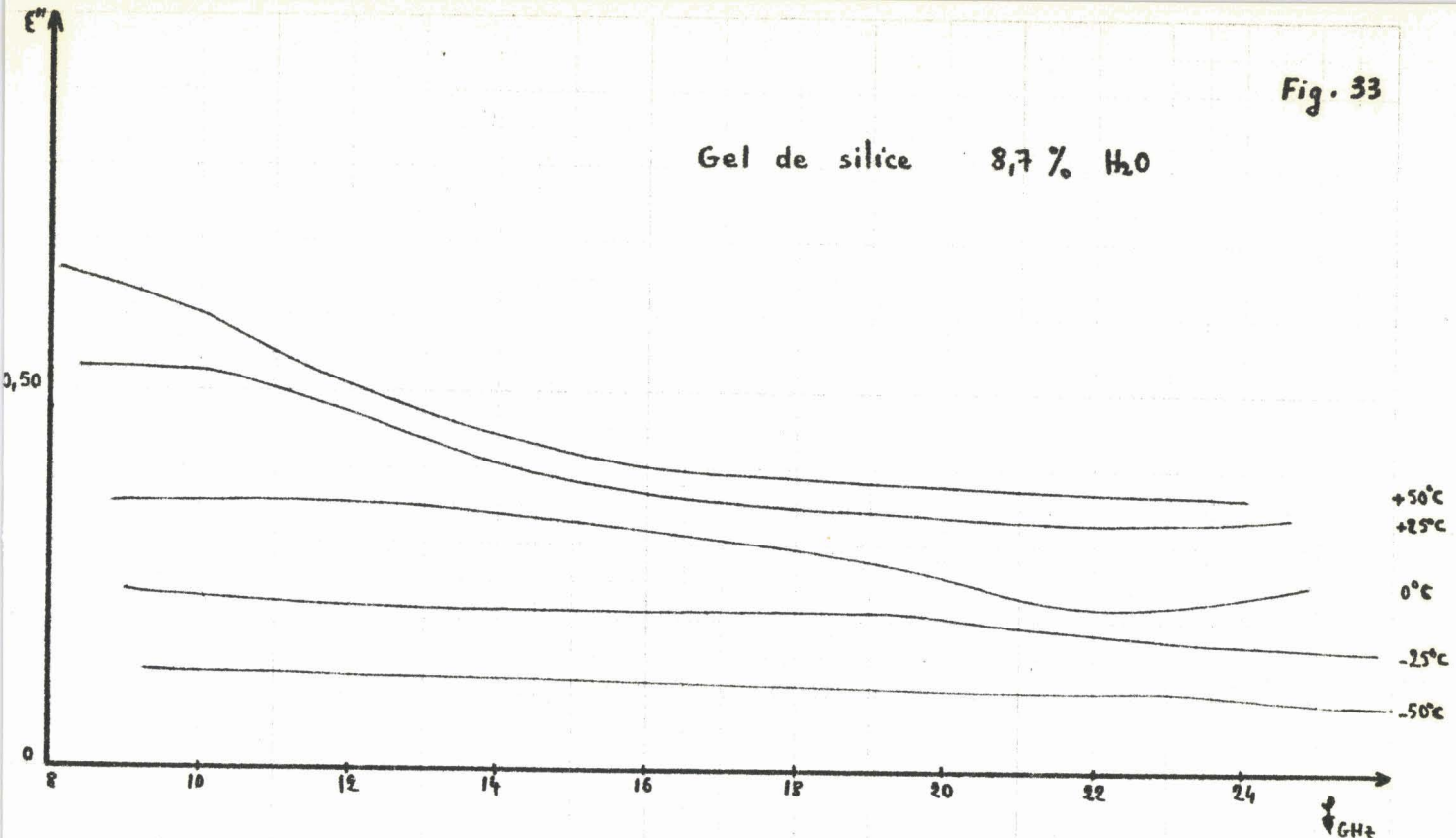


Fig. 33

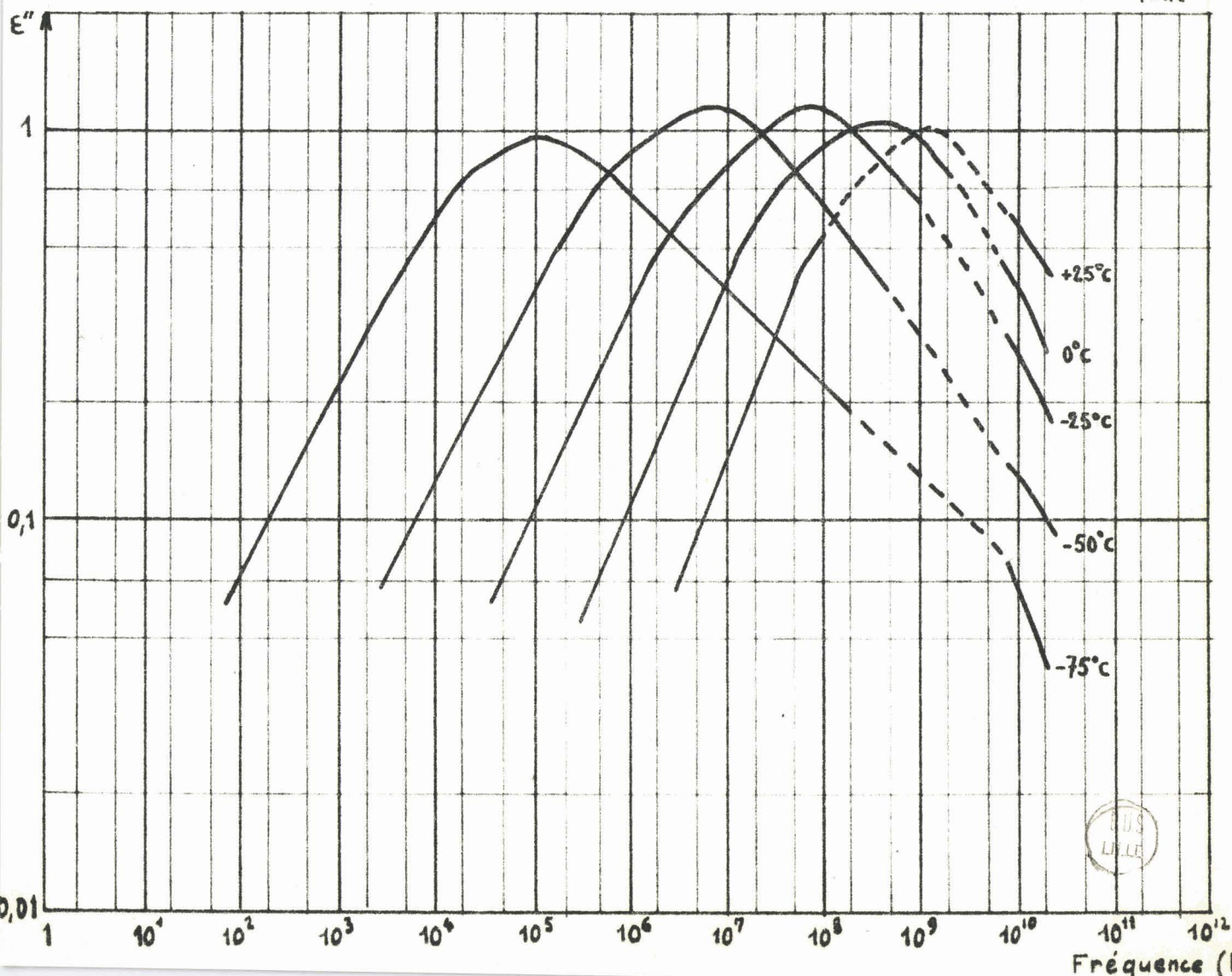
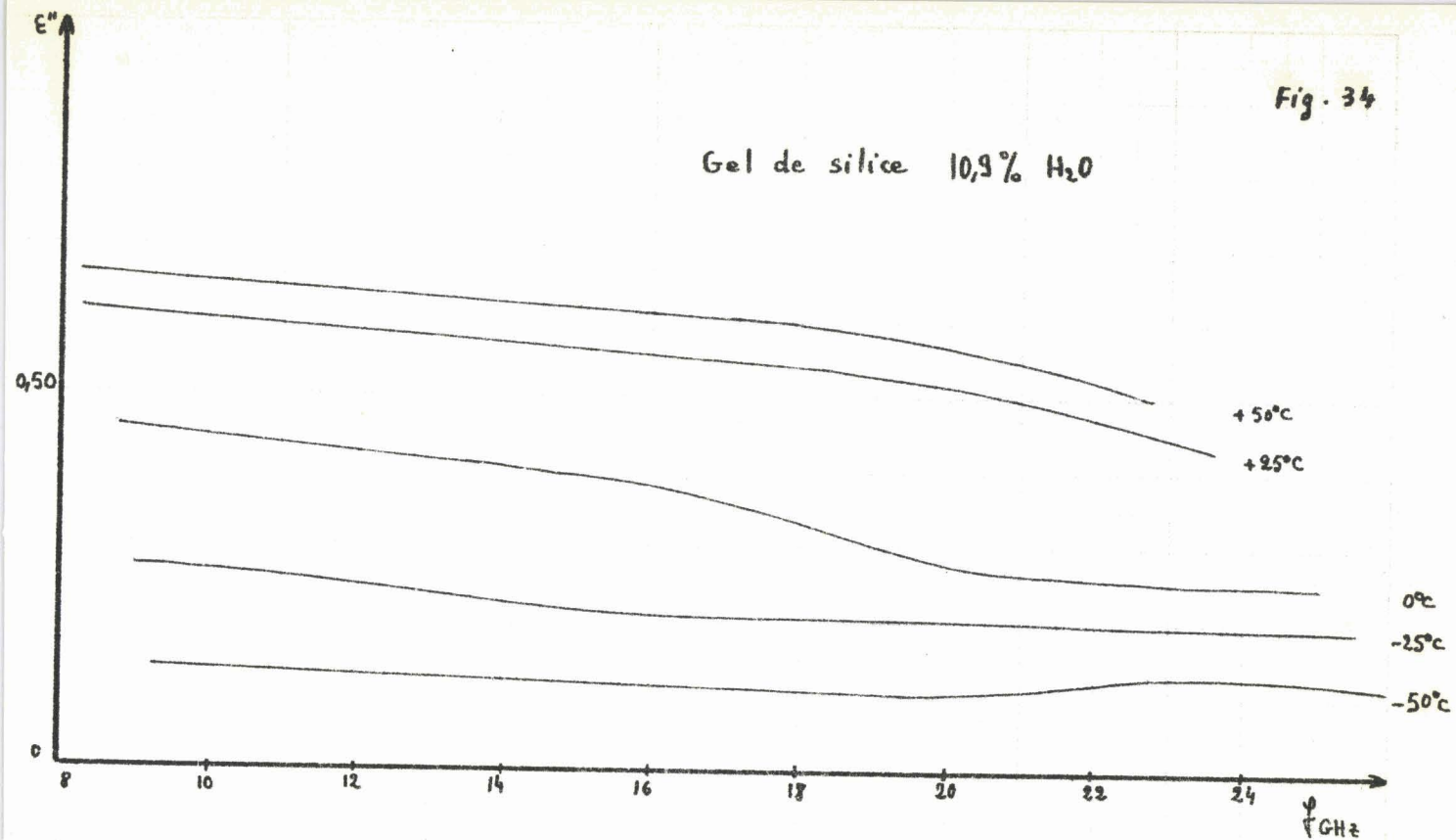
Gel de silice 8,7 % H₂O



BUS
LILLE

Fig. 34

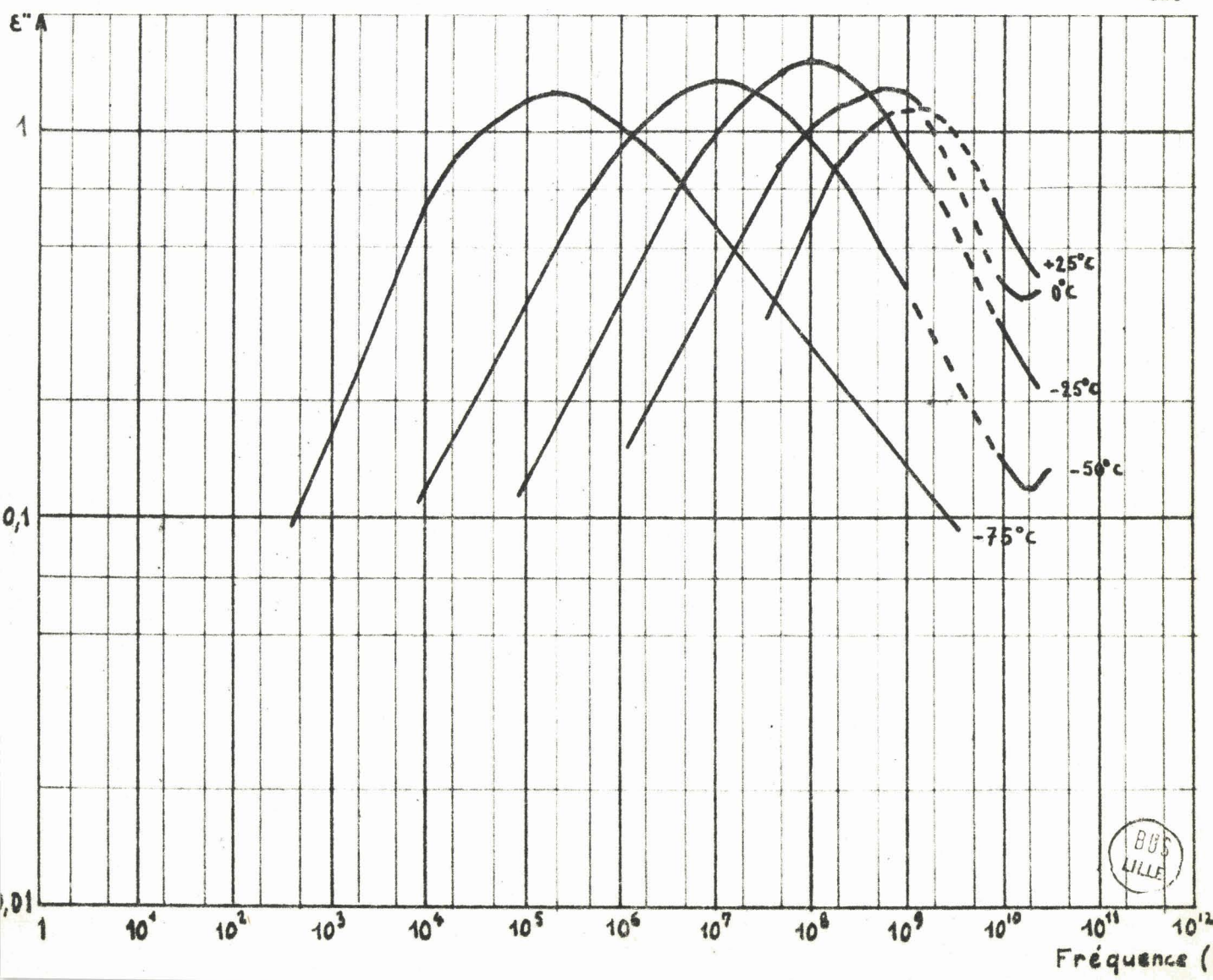
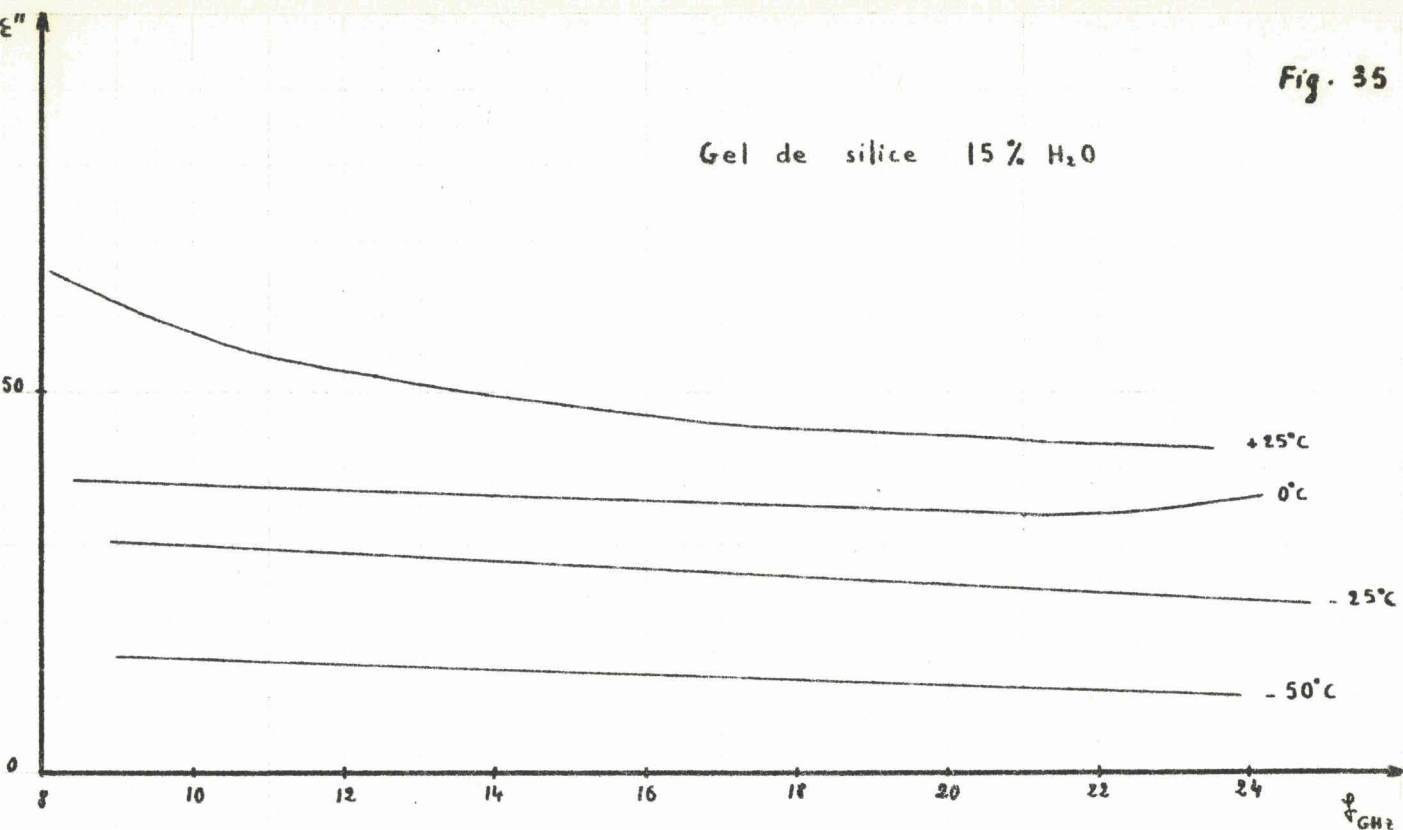
Gel de silice 10,9% H₂O



Fréquence (Hz)

Fig. 35

Gel de silice 15% H₂O



I.2 Interprétation des mesures B.F et H.F : existence d'un coefficient de remplissage.

I.2.I Conditions de mesure.

Aux basses fréquences, les échantillons de diélectriques sont placés dans des cellules coaxiales (de 0 à 3 GHz) alors qu'en hautes fréquences, on utilise des cellules guide d'ondes à section rectangulaire.

Lors du tracé des spectres hertziens des gels de silice, nous avons constaté que les parties B.F et H.F de ces spectres ne se raccordaient pas : les mesures H.F donnent des valeurs de ξ' et ξ'' trop fortes par rapport à celles que l'on pouvait attendre des mesures B.F.

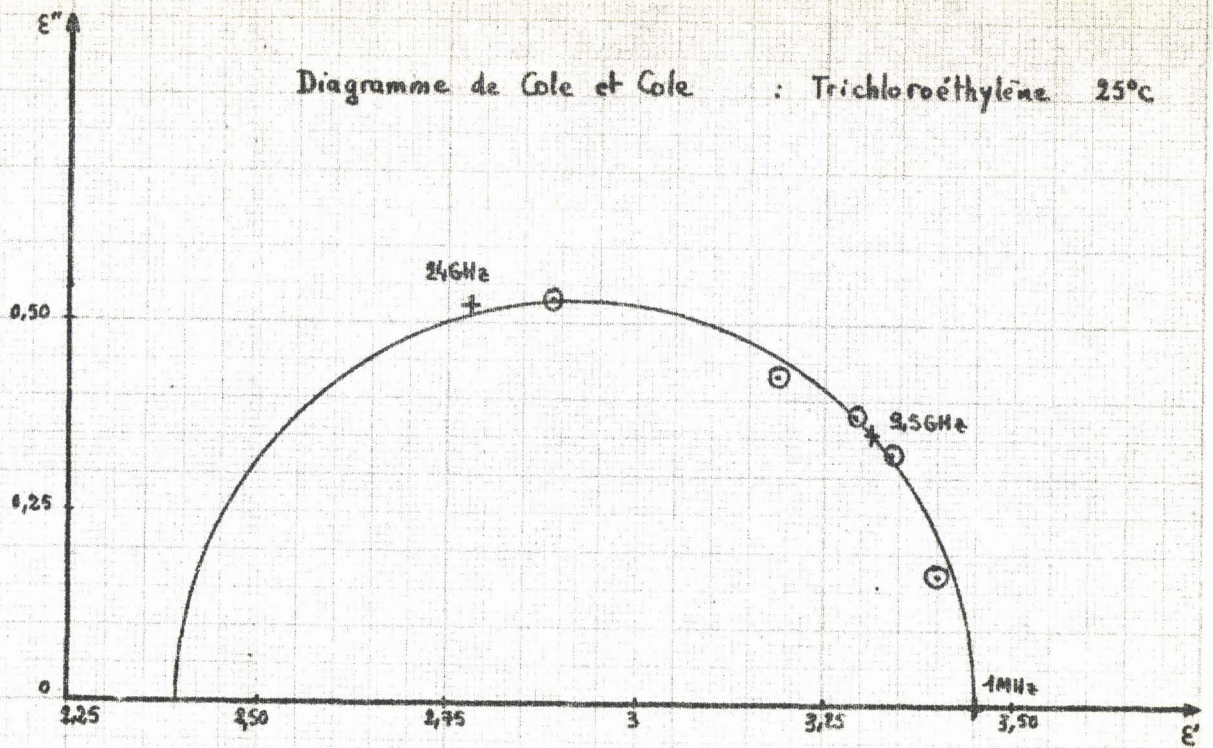
Les écarts constatés sont dûs soit à des erreurs systématiques dues au tassement ou à la granulométrie, soit à des erreurs de principe de mesure.

L'étude de diélectriques liquides tels que le trichloroéthylène et l'octanol nous a permis de préciser quelques aspects de ces erreurs.

La mesure des constantes diélectriques des liquides montre qu'il n'apparaît pas de discontinuités tant dans le tracé de $\xi''(f)$ que dans celui du diagramme de Cole et Cole $\xi'' = f(\xi')$.

Le non-raccordement des spectres B.F et H.F de produits poreux ne provient donc pas d'erreurs de mesure mais bien d'effets propres à la constitution du solide, en particulier le tassement et la granulométrie des produits.

De plus, la comparaison de nos spectres de liquides avec des spectres précédemment tracés par d'autres méthodes de mesure (I7)(I8)(I9) montre une coïncidence parfaite des valeurs ξ' et ξ'' : les principes de mesure sur cellule unique, en guide surdimensionné, sont donc corrects.



+ fréquence fixe - hauteur variable
 ⊙ hauteur fixe - fréquence variable

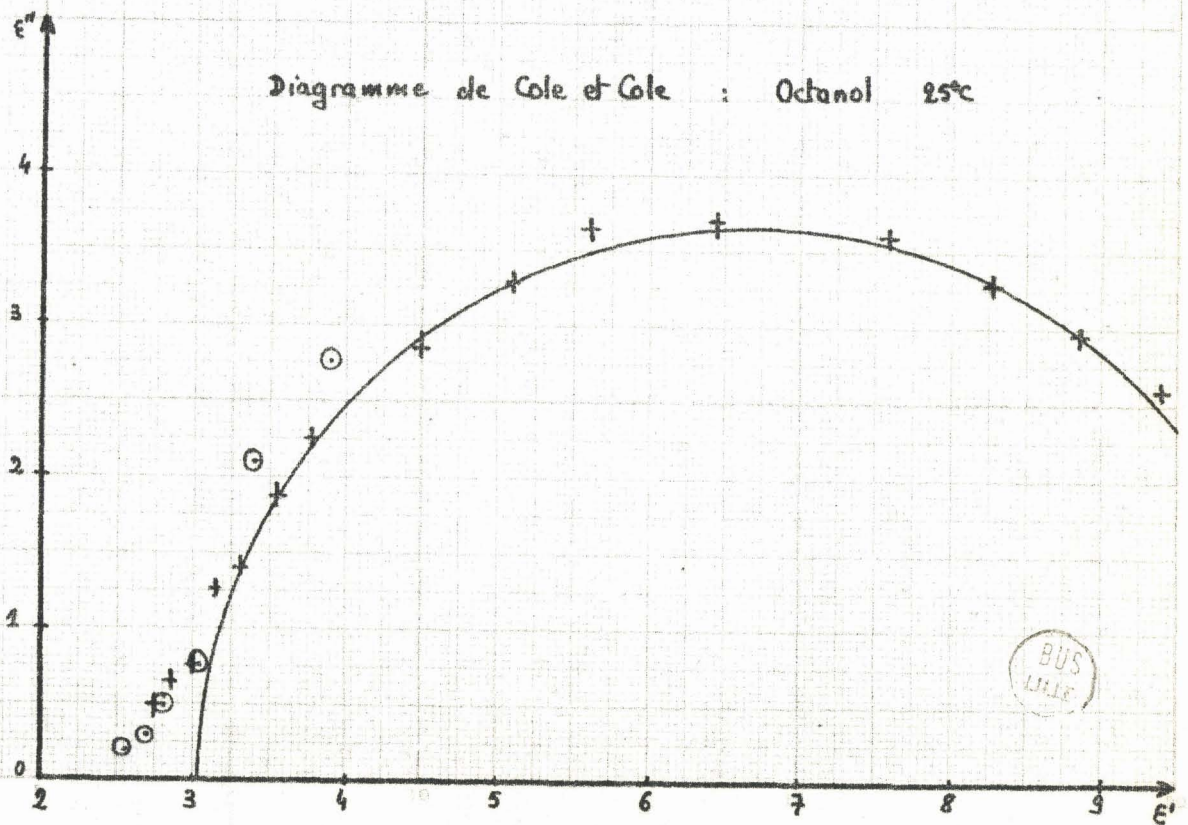


Fig. 36

BUS
LILLE

LES PAPIERS CANSON - FRANCE

Nous donnons figure 36 les diagrammes de Cole et Cole relatifs à l'octanol et au trichloroéthylène, obtenus par les deux méthodes :

- fréquence fixe - hauteur variable
- hauteur fixe - fréquence variable

Nous avons examiné les raisons du non-raccordement des mesures B.F et H.F, dû à l'influence de la granulométrie des solides, et nous avons envisagé l'existence d'un coefficient de remplissage, différent en B.F et en H.F.

Pour celà, déterminons la loi de répartition de l'énergie dans un coaxial, en fonction du rayon vecteur \vec{r} (fig.37).

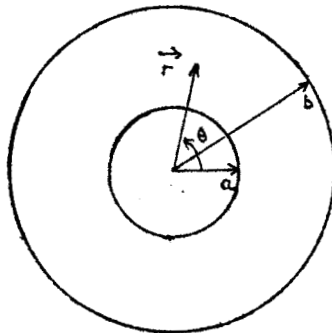


Fig.37

La puissance transportée par le coaxial est donnée par:

$$W = \iint_S \frac{\vec{E} \wedge \vec{H}}{2} \cdot d\vec{S} \quad (I3)$$

où les composantes de \vec{E} et \vec{H} sont :

$$\vec{E} \quad \left| \begin{array}{l} E_{\theta} = 0 \\ E_r = E(r) \end{array} \right.$$

$$\vec{H} \quad \left| \begin{array}{l} H_{\theta} = H(r) \\ H_r = 0 \end{array} \right.$$

et $\frac{E_r}{H_{\theta}} = \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}}$

Par application du théorème d'Ampère on a immédiatement :

$$H_{\theta} = \frac{I}{2\pi r} \quad , \quad I \text{ étant le courant qui circule dans le conducteur central; et } E_r = \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \cdot \frac{I}{2\pi r}$$

$$\text{Ainsi: } W = \iint_S \frac{I}{2} \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \frac{I^2}{(2\pi r)^2} \cdot 2\pi r \cdot dr$$

$$W = \frac{I}{2} \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \frac{I^2}{2\pi} \int_a^b dr/r$$

$$\text{A une distance } r \text{ du centre on a donc } W' = \frac{I^2}{4\pi} \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \text{ Log } \frac{r}{a}$$

$$\text{et } W = \frac{I^2}{4\pi} \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon}} \text{ Log } \frac{b}{a}$$

La répartition énergétique dans une structure coaxiale est celle représentée figure 38.

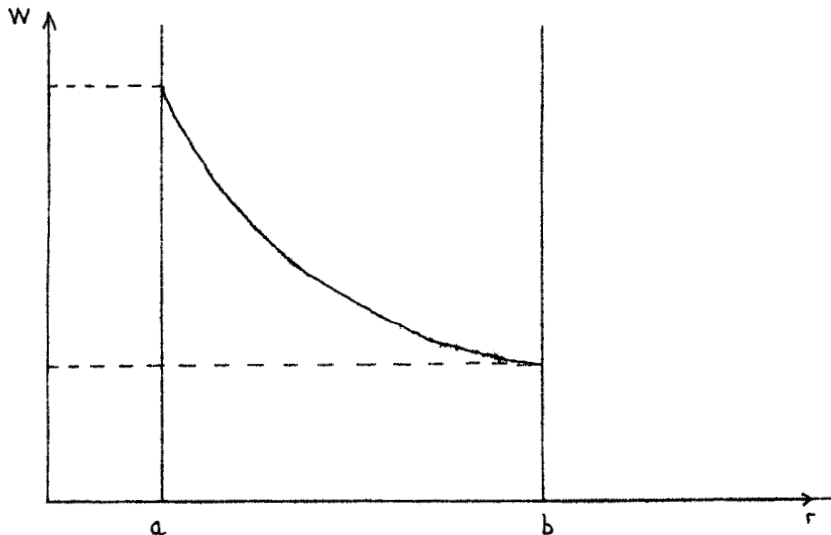


Fig.38

Nous constatons que l'énergie est concentrée au voisinage du conducteur central.

Si nous considérons une cellule coaxiale (fig.39), nous voyons que

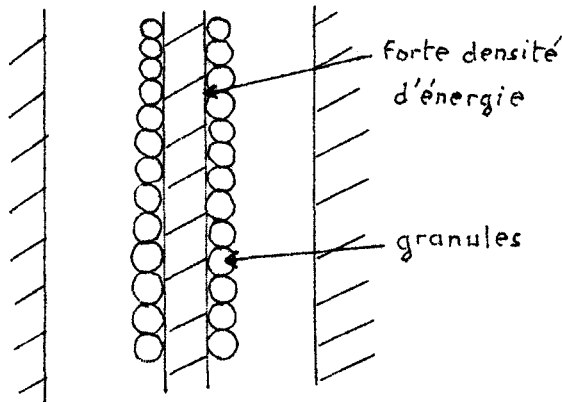


Fig.39

l'énergie est maximale là où la quantité de produit est minimale (ménisques : influence des granules).

Il est alors évident que nous mesurons des ϵ " apparents plus faibles que les coefficients réels.

Par contre, en cellule guide d'ondes (fig.40) l'énergie est maximale au centre, là où le tassement des granules est lui aussi maximum, ϵ " apparent mesuré est voisin du ϵ " vrai du produit.

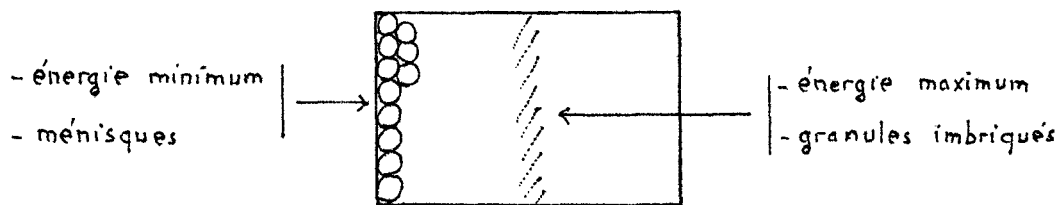


Fig.40

Il apparaît donc utile d'affecter les résultats de mesure B.F d'un terme correctif rendant compte de ces influences.

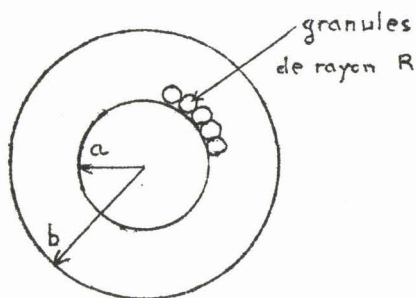
I.2.2 Détermination du coefficient de remplissage.

a) Expérimentalement on constate que pour qu'il existe raccordement des spectres B.F et H.F, il faut affecter les mesures B.F d'un coefficient k tel que $1,33 \leq k \leq 1,50$.

Cette valeur de k a été obtenue par étude systématique d'une dizaine de spectres de gels de silice qui ont une granulométrie moyenne de 0,5mm.

b) Calcul théorique de k.

I°) Considérons tout d'abord le problème plan (fig.4I).



Les granules peuvent être assimilés à des sphères de rayon R donc, dans le plan, à des cercles de rayon R.

Fig.4I

Calculons le nombre de plus proches voisins d'un cercle de rayon R (Fig.42).

La figure 42 montre que le cercle central peut être inscrit dans un hexagone régulier dont la surface est $6R^2 / \sqrt{3}$.

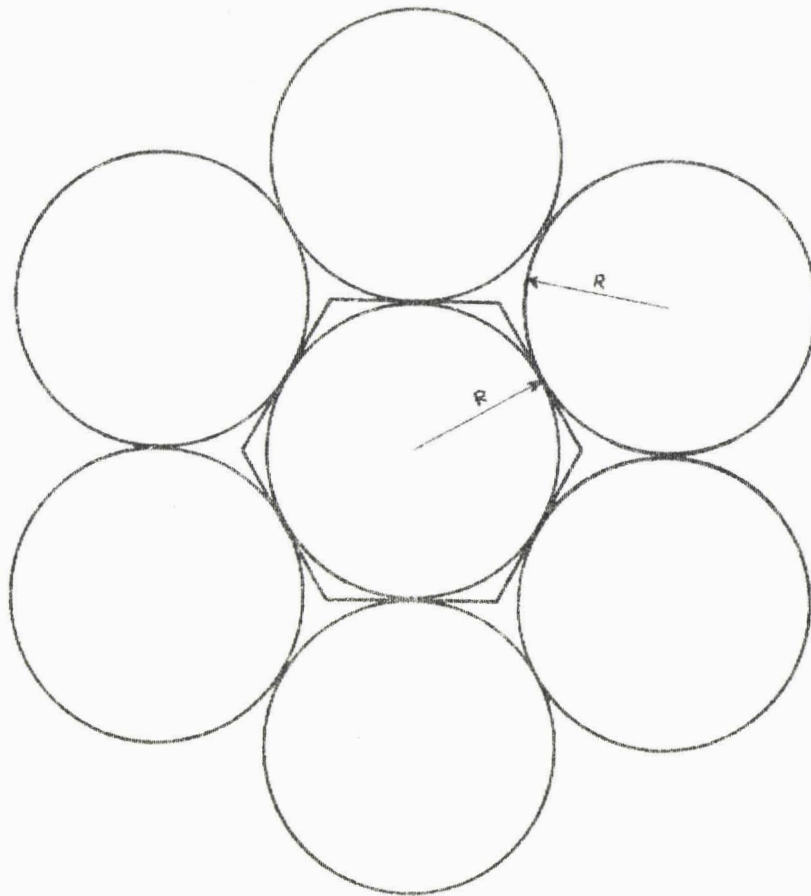


Fig.42

La surface du cercle inscrit étant πR^2 , le rapport:

$$\frac{\text{surface hexagone}}{\text{surface cercle}} \text{ est égal à } \frac{6R^2}{\sqrt{3} \cdot \pi \cdot R^2} = 6 / \pi\sqrt{3} = 1,1$$

Considérons maintenant la cellule coaxiale et intéressons-nous seulement à la première couche de granules, qui a un effet prépondérant, puisque c'est elle qui est traversée par le maximum d'énergie.

Développons la surface latérale du cylindre ayant pour base le cercle de rayon $(R + a)$ et pour hauteur la hauteur h de la cellule coaxiale (fig.43)

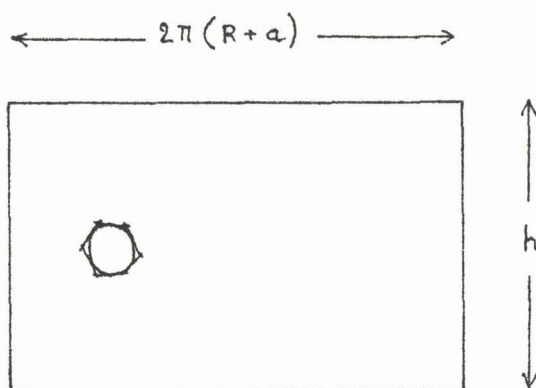


Fig.43

Soit S cette surface développée: $S = 2\pi(R + a).h$

Sur cette surface viennent se placer les cercles de rayon R (section des granules) et on a vu que chaque cercle peut être inscrit dans un hexagone régulier.

La surface totale de ces hexagones circonscrits aux cercles est la surface S . On peut donc déterminer la surface S' réellement occupée par les cercles: $S' = \frac{S}{I, I}$ d'où le nombre de cercles possibles:

$$N' = \frac{S'}{\pi R^2} = \frac{2(R+a).h}{I, I . R^2}$$

ces cercles représentant la section des granules supposés sphériques par le plan considéré.

Le volume occupé par ces N' sphères est :

$$V' = \frac{4}{3} \pi R^3 \frac{2(R+a).h}{I, I . R^2}$$

$$V' = \frac{8\pi R(R+a).h}{3,3}$$

Considérons maintenant la cellule coaxiale élémentaire suivante (fig.44).

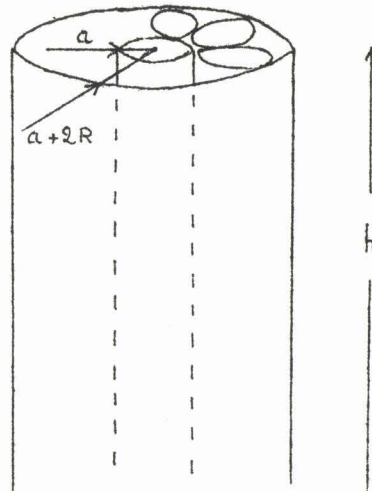


Fig. 44

Son volume utile est : $V = \pi [(a + 2R)^2 - a^2] \cdot h$

$$V = 4\pi R(a + R) \cdot h$$

et le coefficient de remplissage est :

$$\frac{V'}{V} = \frac{8\pi R(R + a) \cdot h}{3,3 \cdot 4\pi R(R + a) \cdot h} = \frac{2}{3,3}$$

$$\frac{V'}{V} \neq 0,606$$

=====

Pour une cellule guide d'ondes, on admet que le coefficient de remplissage est I. Nous aurons donc une limite supérieure du coefficient k :

$$k \ll \frac{I}{0,606} = 1,65$$

2°) Si nous considérons maintenant le problème spatial, on montre que (20) l'on peut assimiler chaque grain de diélectrique à une sphère de rayon R et que le coefficient de remplissage idéal est

égal au rapport du volume de la sphère à celui de l'hexagone circonscrit à la sphère, de hauteur $2R\sqrt{6}/3$ (hauteur du tétraèdre régulier) :

$$C_r = \frac{\pi}{3\sqrt{2}} = 0,74$$

Dans ce cas le facteur k est : $k = \frac{1}{0,74} = 1,35$
 =====

3°) Nous constatons un excellent accord entre la valeur de $k_{\text{théorique}} = 1,35$ et la valeur de $k_{\text{expérimentale}} : 1,30 \leq k_{\text{exp}} \leq 1,50$.

Les mesures B.F seront à affecter systématiquement de ce coefficient $k = 1,35$, ce qui donne alors un excellent raccordement des spectres B.F et H.F .

II/ INTERPRETATION DES MESURES .

II.I Rappels sur la polarisation électrique des corps poreux.

L'expérience montre que la polarisation électrique présente plusieurs domaines, ordinairement trois ou quatre.

Une étude systématique de cette polarisation a été et est effectuée au laboratoire (16)(21)(22)(23).

Ces domaines apparaissent nettement dans le spectre hertzien $\epsilon''(f)$, tracé en échelles logarithmiques (fig.45).

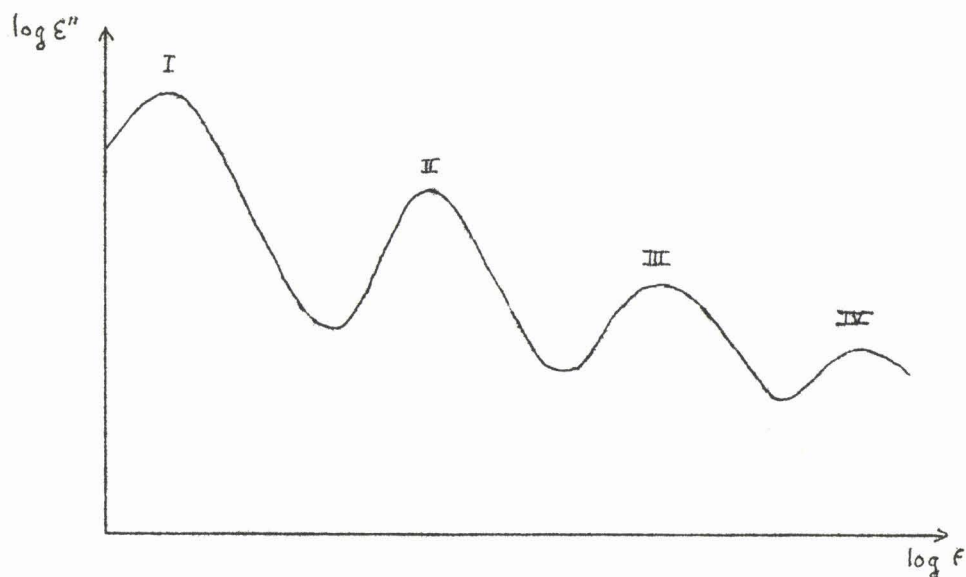


Fig.45

Le domaine I est souvent localisé aux T.B.F (< 10 kHz).

Le domaine II est le domaine B.F (< 10 MHz).

Le domaine III est le domaine M.F (100 MHz à 5 GHz).

Le domaine IV est le domaine H.F (> 5 GHz).

Afin de préciser la nature de ces domaines, de nombreuses études systématiques ont été entreprises depuis quelques années, tant sur les gels de silice (15)(23) que sur les zéolithes (21) et les alumines activées (22).

Les domaines I et II apparaissent comme étant liés aux différents interfaces, et les domaines III et IV comme étant liés aux molécules polaires adsorbées (21).

Précisons que le domaine I (domaine des granules) est dû à la polarisation interfaciale entre granules conducteurs et milieu isolant.

Le domaine II (domaine alvéolaire) est dû à la polarisation interfaciale au niveau des alvéoles élémentaires.

Le domaine III caractérise les durées de vie des édifices labiles existant dans les pores au niveau des interfaces.

Ce domaine peut éventuellement être décomposé en deux domaines:

- III a qui serait relatif aux durées de vie des liaisons eau-surface.
- III b qui semblerait provenir de la structure des matériaux.

Le domaine IV, qui n'est pas souvent observé (fréquences supérieures à 20 GHz) est un domaine de relaxation des hydroxyles OH.

II.2 Généralités.

La dynamique de l'eau adsorbée peut être étudiée à partir de la variation des propriétés électriques (mesure du spectre hertzien) des gels en fonction du pourcentage d'eau adsorbée et de la température.

Les mesures H.F, bien que s'effectuant sur une large bande de fréquences, ne sont cependant pas suffisantes à elles seules pour étudier les propriétés électriques des matériaux poreux considérés.

C'est pourquoi nous avons fait figurer sur les spectres hertziens précédents (fig.3I à 35) une partie des résultats obtenus en B.F.

Nous proposons une étude et une interprétation des domaines II I et IV.

Les renseignements nécessaires à cette étude (comportement en H.F de l'eau adsorbée) nous seront fournis par l'examen des variations en fonction du pourcentage d'eau adsorbée :

- de la fréquence critique du domaine,
- de l'amplitude ϵ''_{Max} du domaine,

- de ϵ' et ϵ'' à fréquence fixe,
- du paramètre de distribution α .

Nous préciserons également la valeur de l'énergie d'activation du domaine.

Nous proposerons enfin une interprétation de ces variations, en vue d'expliquer le mode de fixation de l'eau sur le squelette.

II.3 Energie d'activation d'un domaine de relaxation.

Rappelons que la fréquence critique d'un mécanisme de relaxation peut se mettre sous la forme (21) :

$$f_c = A \cdot e^{-U / kT}$$

où A = constante (dimensions d'une fréquence)

U = énergie d'activation du mécanisme

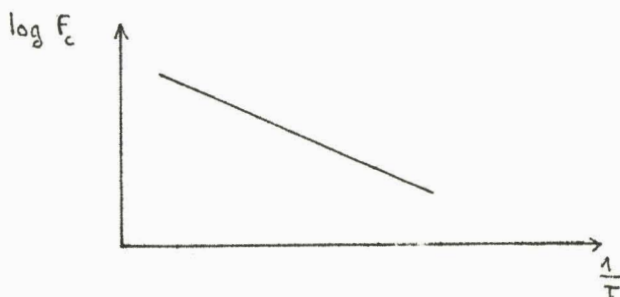
k = constante de Boltzman

T = température absolue

En prenant le logarithme :

$$\log f_c = \log A - \frac{U}{kT} \log e$$

En traçant la courbe $\log f_c$ en fonction de $\frac{1}{T}$ nous obtenons une droite dont la pente permet de déterminer U.



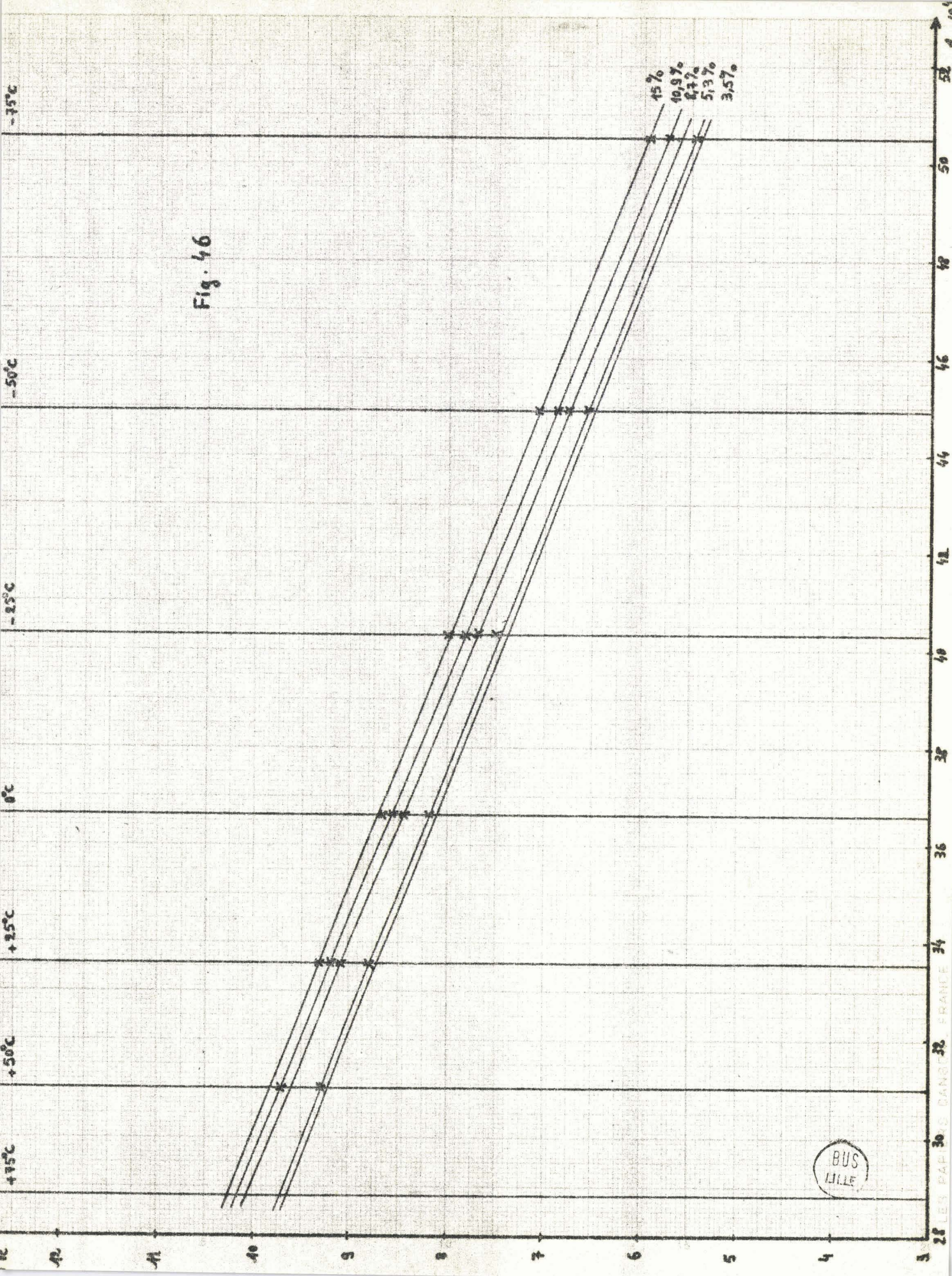


Fig. 46

BUS
LILLE

Nous avons tracé (fig.46) les courbes $\log f_0 = f(I/T)$, le paramètre étant le pourcentage d'eau adsorbée.

Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau suivant :

% H ₂ O	3,5	5,3	8,7	10,9	15
U _{eV}	0,388	0,388	0,400	0,400	0,393

Ces résultats indiquent qu'aux erreurs expérimentales près, l'énergie d'activation reste constante en fonction de la concentration en eau (concentration inférieure à 15% en poids).

Sa valeur moyenne est U = 0,40 eV

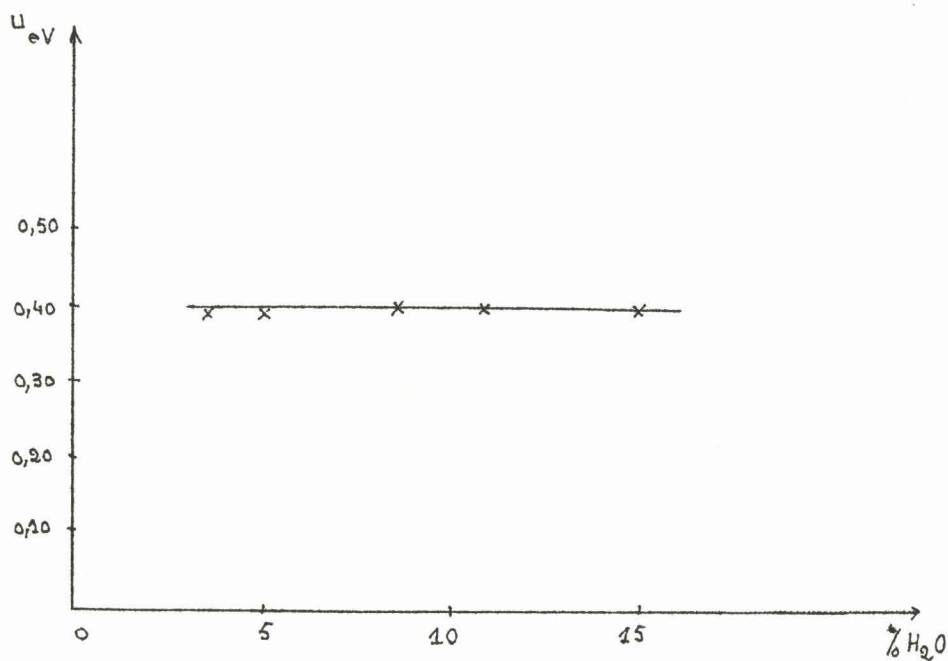


Fig. 47

II.4 Variation de la fréquence critique f_c en fonction du pourcentage d'eau adsorbée.

Le tracé de la courbe $f_c = f_c(\% H_2O)$ (fig.48) pour des températures constantes $+50^\circ C$, $+25^\circ C$, $0^\circ C$, $-25^\circ C$, $-50^\circ C$, $-75^\circ C$, fait apparaître une rupture de pente (point d'inflexion) pour un pourcentage d'eau adsorbée compris entre 7% et 8% .

Nous observons donc :

- A température constante, une fréquence critique qui augmente quand le pourcentage d'eau adsorbée augmente
- Pour un même pourcentage d'eau adsorbée, la fréquence critique augmente quand la température augmente, ce qui est normal et caractérise l'énergie d'activation du phénomène.

II.5 Amplitude du domaine.

Les courbes ξ''_{Max} en fonction du pourcentage d'eau adsorbée sont représentées figure 49 (le paramètre est la température).

- Nous remarquons :
- que l'amplitude du domaine augmente avec le pourcentage d'eau adsorbée,
 - que les pentes de ces courbes sont différentes pour les températures $0^\circ C$ et $25^\circ C$ ou les températures $-25^\circ C$, $-50^\circ C$, $-75^\circ C$.

Fréquence critique f_c en fonction du
pourcentage d'eau adsorbé

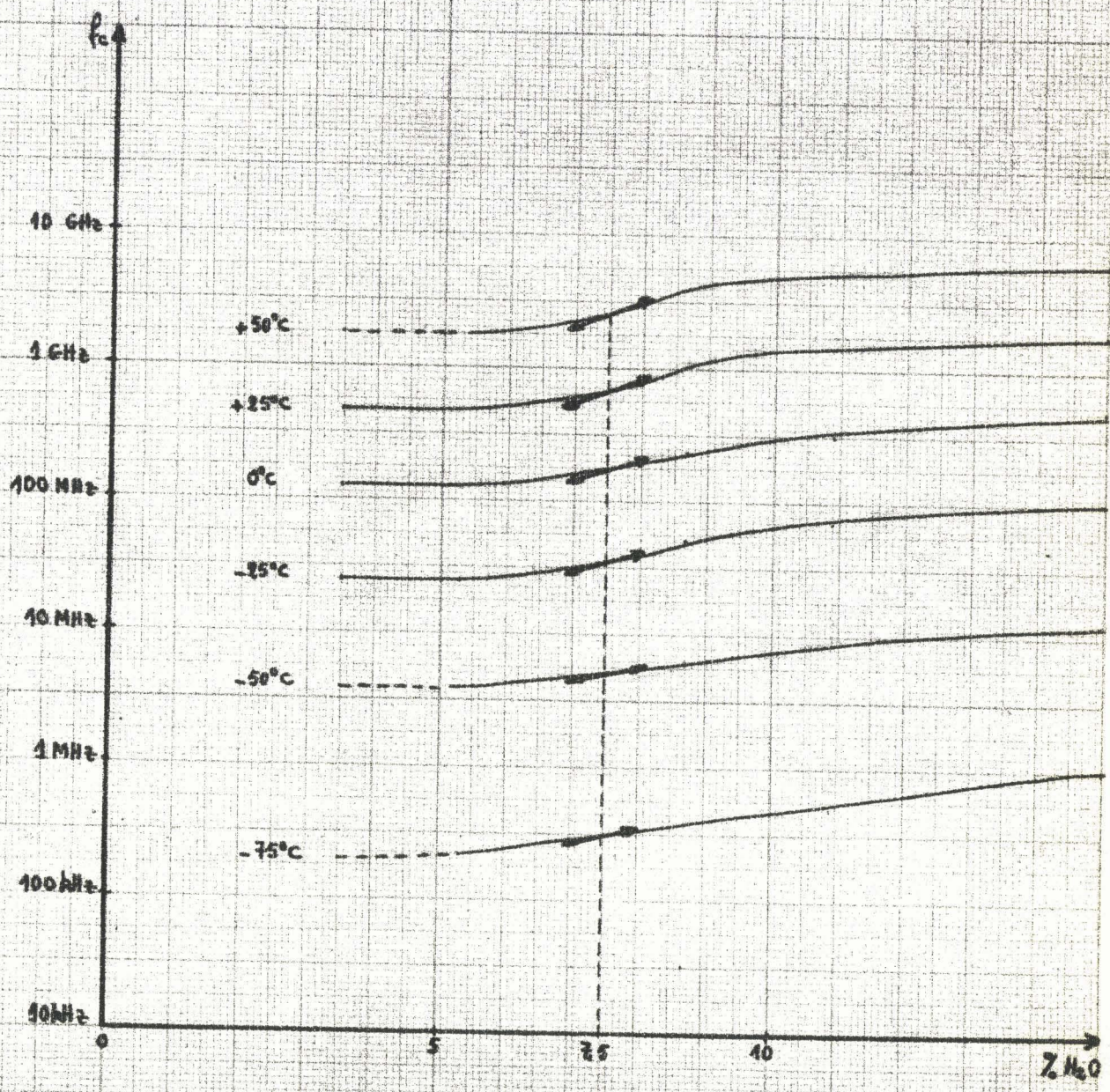


Fig. 48



LES PAPIERS CANSON FRANÇAIS

Amplitude du domaine en fonction
du pourcentage d'eau adsorbée

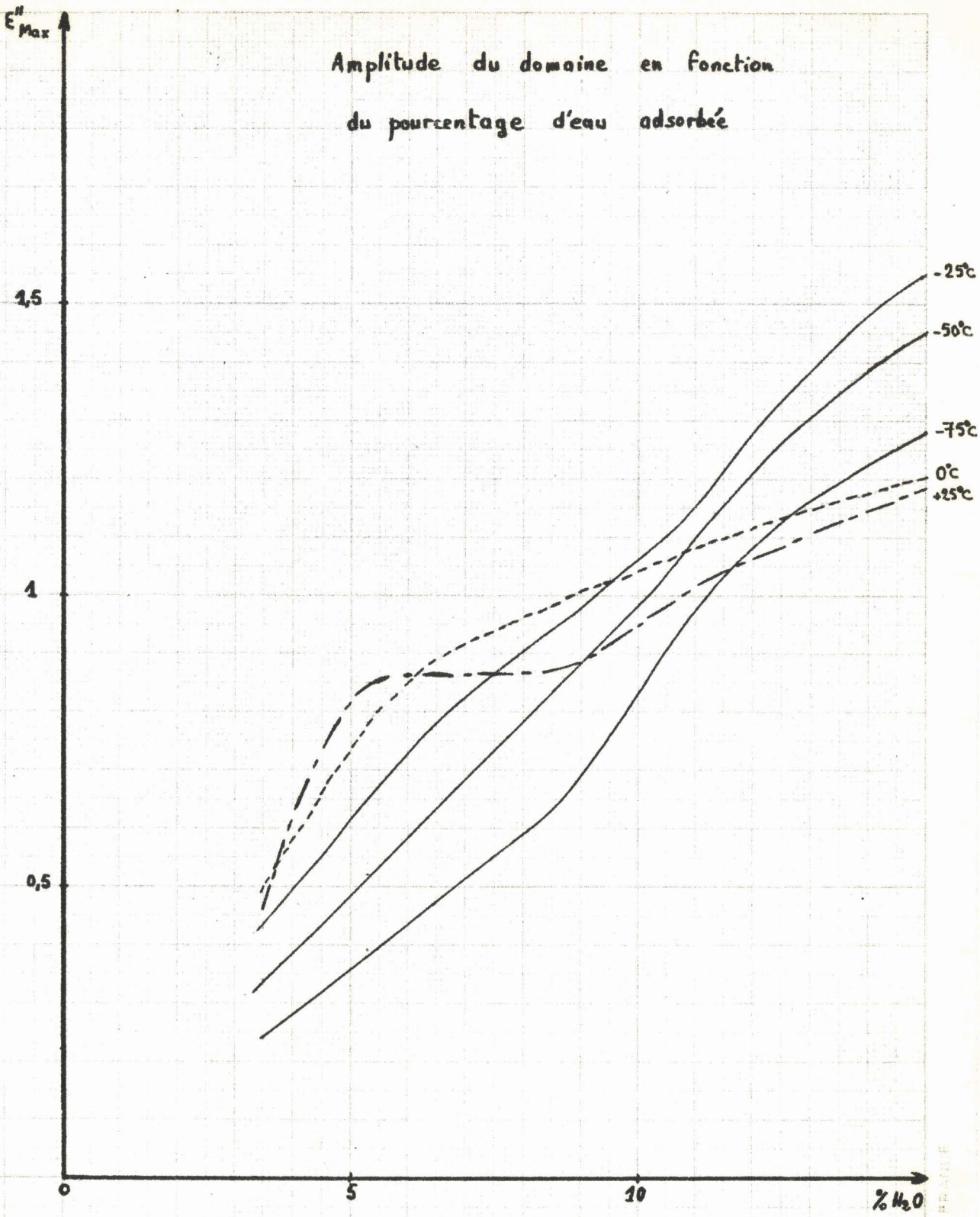


Fig. 49

BUS
MILLER

Ce dernier phénomène pourrait résulter de la superposition de deux mécanismes, l'un existant quelle que soit la température, l'autre n'apparaissant qu'aux températures positives.

II.6 Variations de ϵ' et ϵ'' en fonction du pourcentage d'eau adsorbée.

Les courbes ont été tracées	à fréquence fixe : 10 GHz et 20 GHz
	à température constante : -75°C , -50°C , -25°C , 0°C , +25°C , +50°C .

Elles sont représentées figure 50.

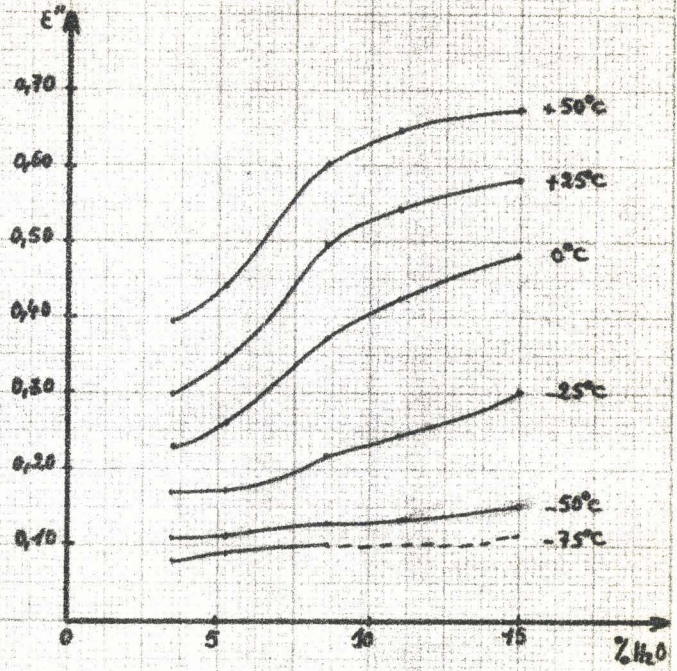
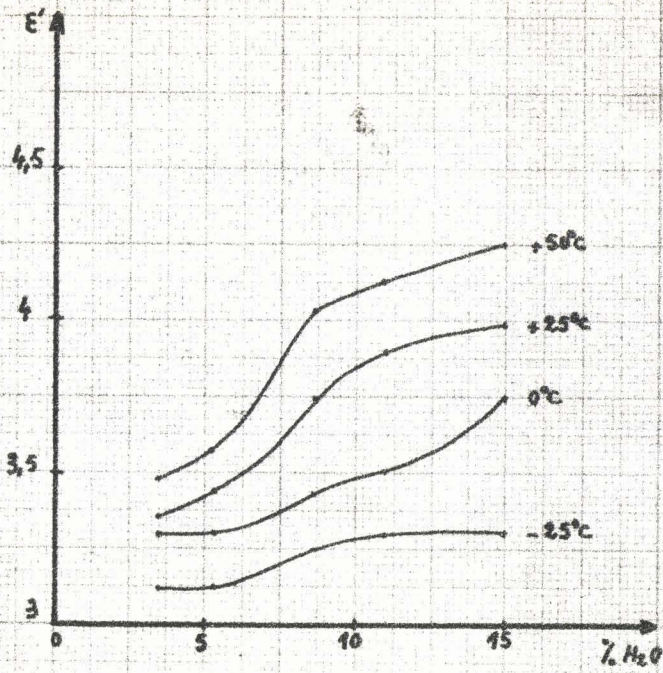
Nous constatons encore une rupture de pente (point d'inflexion) pour un pourcentage d'eau adsorbée voisin de 7% .

II.7 Paramètre de distribution α .

Le réseau de courbes α (% H₂O) à température constante (fig.51) fait apparaître une forte distribution pour les basses températures. Cette distribution diminue au fur et à mesure que la température augmente.

Nous constatons que α diminue quand le pourcentage d'eau adsorbée augmente, et ici encore il y a un point d'inflexion pour un pourcentage d'eau adsorbée voisin de 7% .

F = 10 GHz



F = 20 GHz

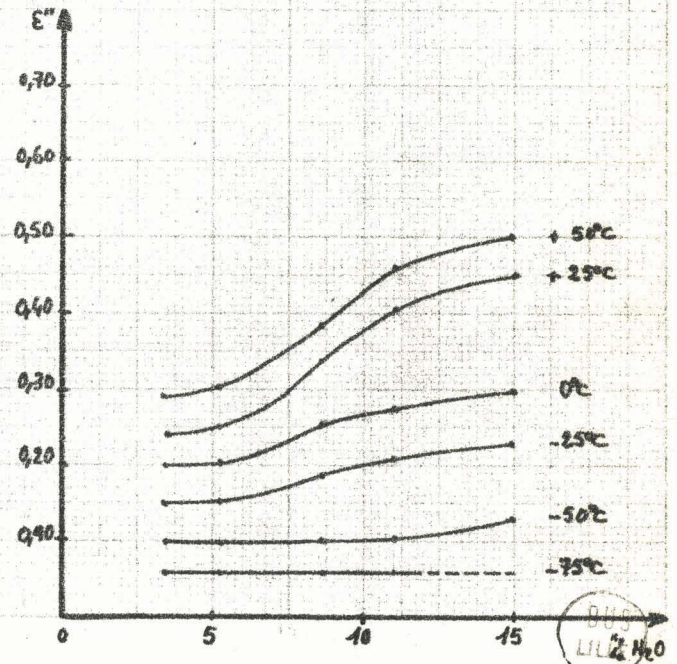
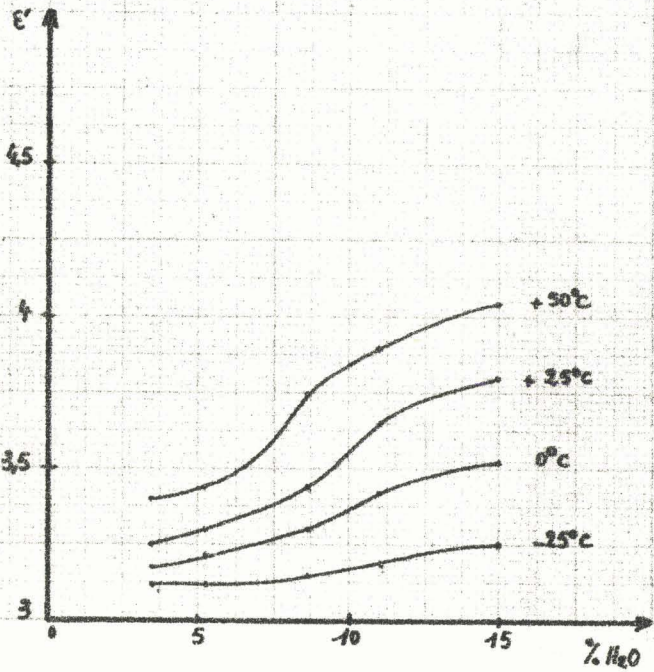


Fig. 50

DIAGRAM
LIL' H₂O

Paramètre de distribution α
en fonction du pourcentage
d'eau adsorbée

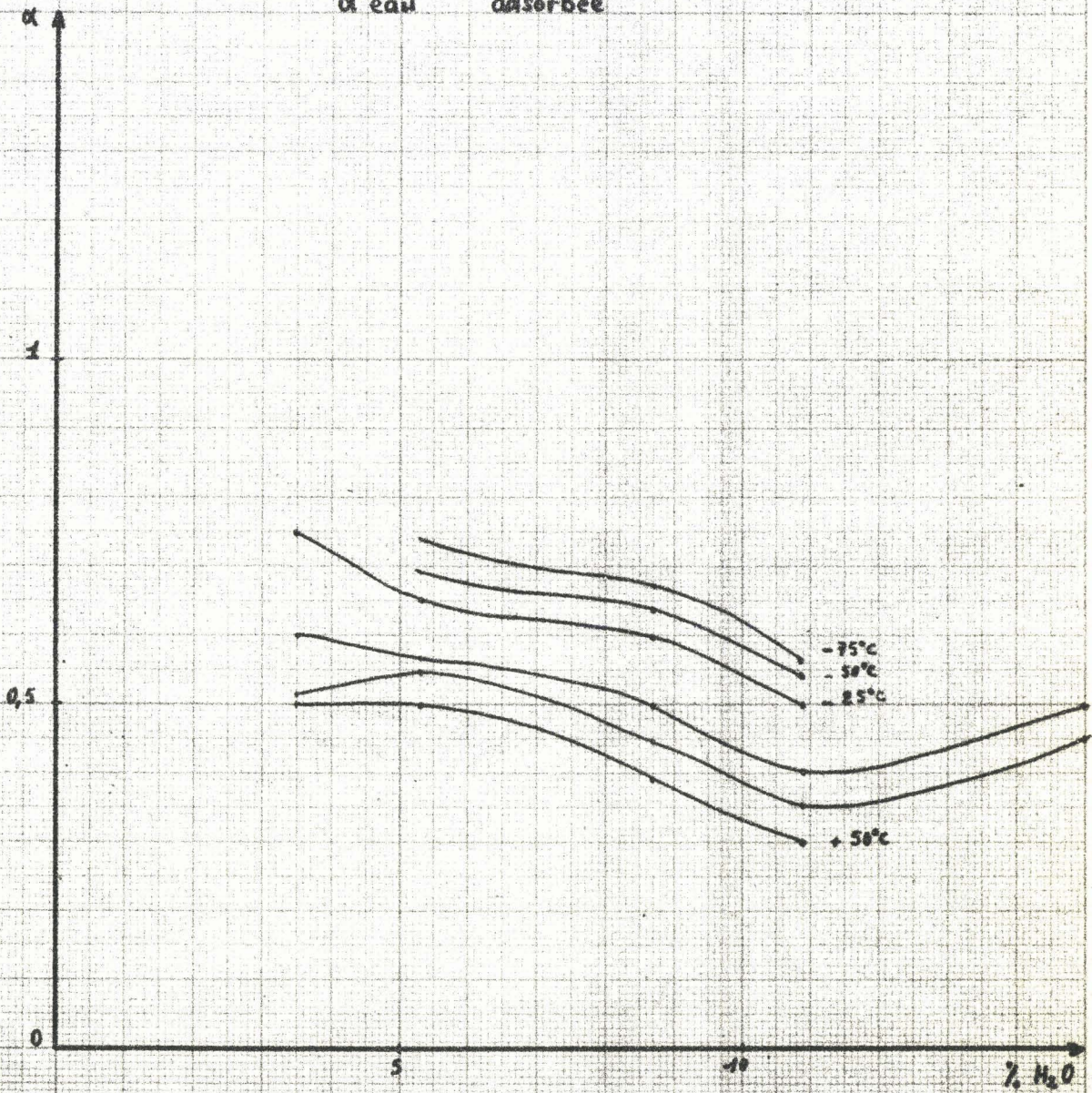


Fig - 51

II.8 Interprétation des mesures - Existence d'une monocouche.

II.8.1 Des travaux antérieurs sur des gels de silice partiellement hydratés ont permis à quelques auteurs (24)(25) de conclure quant à la formation, pour un certain pourcentage d'eau adsorbée, d'une monocouche.

Ces études ont été effectuées par voies thermodynamique et électrique.

Avant de préciser différents aspects de ces phénomènes, nous rappelons brièvement le mode de fixation de l'eau sur un gel de silice.

II.8.2 Mode de fixation de l'eau sur un gel de silice.

a) Un gel de silice desséché à 400 °C, sous une pression de 0,1 mm de mercure pendant plusieurs heures, peut être représenté (24) par la figure 52.

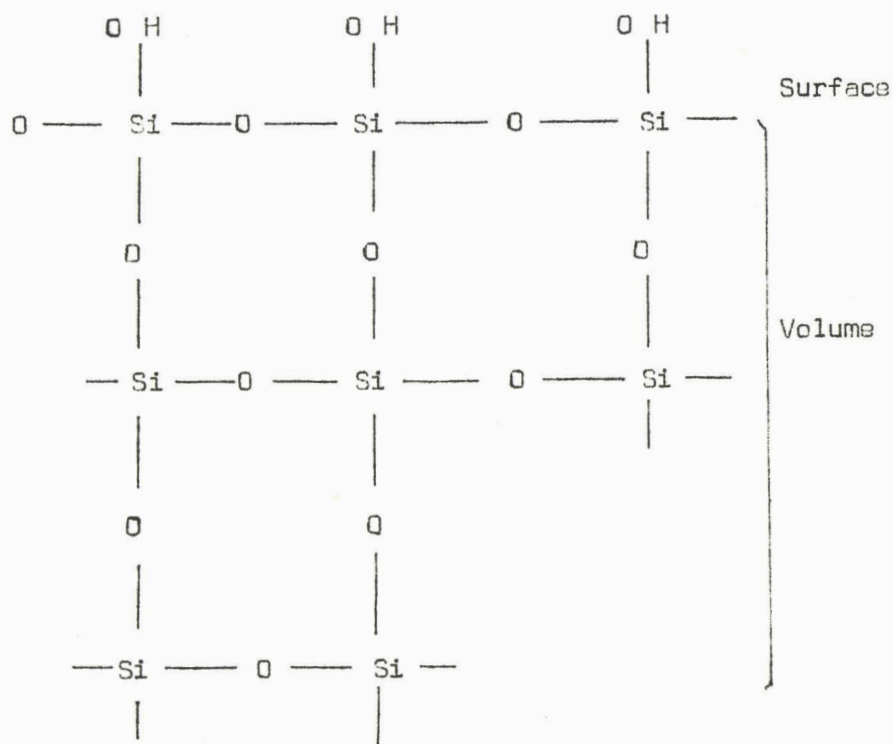


Fig. 52

Nous constatons qu'il existe encore de l'eau de constitution. Cette eau de constitution hydroxyle est fortement liée à la surface.

b) Plusieurs hypothèses ont été avancées sur le mode de fixation de l'eau de constitution moléculaire, représentées par exemple figure 53 cas I et 2 (nous ne représentons que la surface).

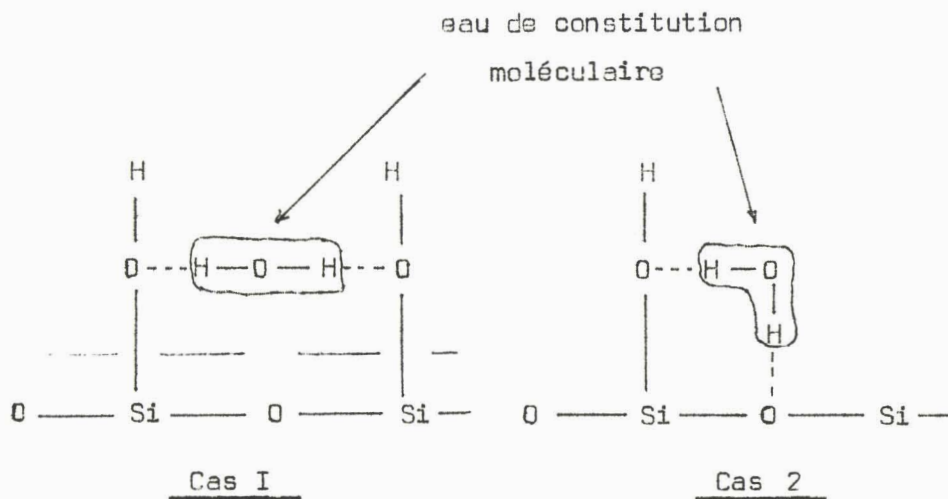
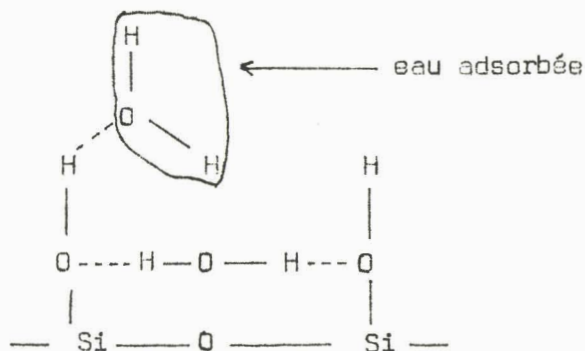


Fig. 53

c) Il est possible d'admettre que l'eau adsorbée se fixe suivant le schéma de la figure 54, quand il s'agit d'une monocouche.



Quand il s'agit d'une multicouche, la fixation de l'eau adsorbée pourrait être représentée figure 55.

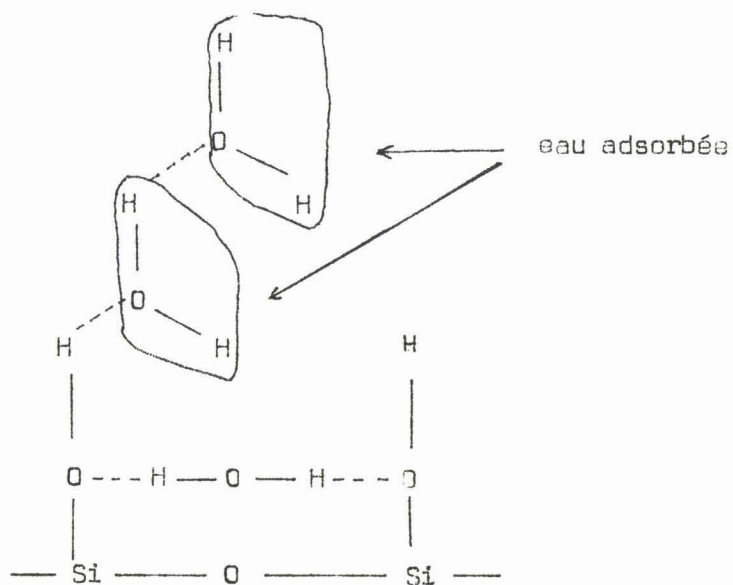


Fig. 55

On peut caractériser deux sortes d'eau:

- eau de constitution

- eau hydroxyle OH

- eau de constitution moléculaire

- eau adsorbée, se fixant soit en monocouche (fig. 54) , soit en multicouche (fig. 55).

A partir de ces représentations généralement admises, il est possible d'interpréter nos résultats.

II.8.3 Interprétation des résultats expérimentaux.

II.8.3.1 Les courbes f_c , ϵ''_{Max} , ϵ' , ϵ'' , α (fig. 48 à 51) en fonction du pourcentage d'eau adsorbée indiquent un changement de pente (point d'inflexion) pour un pourcentage d'eau adsorbée voisin de 7% (nous rappelons qu'il s'agit du domaine III).

L'étude thermodynamique des gels de silice en fonction du pourcentage d'eau adsorbée fait apparaître aussi, lors du tracé des isothermes d'adsorption une telle variation (24)(25) : changement de pente ou point d'inflexion pour un pourcentage d'eau adsorbée voisin de 7% , correspondant à la formation d'une monocouche.

Nos résultats expérimentaux semblent donc confirmer les études précédentes. Pour mieux préciser la dynamique du phénomène, nous pouvons essayer d'apprécier la teneur en eau nécessaire pour que l'observation du phénomène soit possible.

II.8.3.2 Quantité d'eau nécessaire pour qu'une monocouche soit présente.

La surface spécifique des gels de silice étudiés est de l'ordre de $800 \text{ m}^2/\text{g}$ (donnée par le fabricant: St-Gobain). Si nous admettons que l'encombrement théorique d'une molécule d'eau est $10,6 \text{ \AA}^2$ (24), le nombre de molécules d'eau nécessaires pour avoir une monocouche est:

$$\frac{8 \cdot 10^2}{10,6 \cdot 10^{-20}} = \frac{8}{10,6} 10^{22}$$

D'où le poids d'eau théorique nécessaire:

$$\text{B} \frac{\frac{8}{10,6} \cdot 10^{22}}{6,02 \cdot 10^{23}} \approx 0,22 \text{ gramme}$$

Pour avoir une monocouche il faut donc, théoriquement, 22% d'eau (en poids).

Ces 22% d'eau correspondent à un taux de recouvrement théorique égal à 1.

Remarquons que ce pourcentage de 22% est de beaucoup supérieur aux 7% trouvés expérimentalement, ce qui est dû à l'imprécision de la méthode utilisée (méthode du B.E.T) pour calculer le pourcentage d'eau théorique nécessaire à la formation de la monocouche.

Eyraud signale (24) que pour un taux de recouvrement théorique voisin de 0,35 - qui équivaut à un pourcentage d'eau adsorbée de $22\% \times 0,35 = 7,7\%$ - l'isotherme d'adsorption des gels de silice présente un point d'inflexion.

Une autre anomalie est signalée: la chaleur d'adsorption est voisine de 12 kcal/mole ($\approx 0,52$ eV) pour un taux de recouvrement égal à 0,35 alors que pour des valeurs inférieures de ce taux de recouvrement elle est de 14 kcal/mole ($\approx 0,60$ eV).

Pour ce taux de recouvrement supérieur ou égal à 0,35, Eyraud émet l'hypothèse de l'existence de forces d'interactions latérales entre les molécules d'eau.

II.8.3.3 A partir de nos mesures, nous pouvons avancer une autre hypothèse: pour un taux de recouvrement théorique voisin de 0,35 - équivalent à un pourcentage d'eau adsorbée voisin de 7,7% - une monocouche est en moyenne formée.

Lorsque la monocouche est formée, des forces d'interactions latérales entre les molécules d'eau apparaissent, et il y a diminution des liaisons adsorbant-adsorbé.

Au delà d'une concentration en eau supérieure à 7,7% , on peut envisager la formation, dans certains capillaires, d'une multicouche, les couches extérieures étant moins fortement liées à la surface. Ce phénomène peut expliquer les changements de pentes précédemment signalés et observés sur les courbes expérimentales pour une teneur en eau de l'ordre de 7,5% .

En effet, les forces de liaison et d'interaction, donc la durée de vie des édifices polaires, ne sont pas de même nature à la surface (monocouche) et au voisinage de cette monocouche. Ainsi, pour une monocouche, nous observons une certaine polarisation diélectrique, et pour une multicouche, un type différent de polarisation, ce qui se traduit sur les courbes rendant compte des propriétés diélectriques des gels de silice par des changements de pentes (points d'inflexion) (courbes figures 48 à 5I).

Nous pouvons émettre l'hypothèse suivante: pour une teneur en eau inférieure à 7,5% (valeur moyenne de la position du point d'inflexion des courbes expérimentales) une monocouche se forme; les molécules d'eau de cette monocouche sont fortement liées à la surface du gel de silice.

Au delà d'une teneur en eau de 7,5% , il y a création d'une multicouche, les couches extérieures étant moins fortement liées à la surface, et cet effet est discernable sur les courbes 48 à 5I.

Les résultats de notre travail rejoignent les conclusions de nombreux auteurs (24)(25)(26)(27)(28)(29) qui ont étudié l'adsorption de l'eau, du méthanol, de l'éthanol et du benzène sur des adsorbants poreux.

En particulier, Nair (25) a trouvé - étude de l'adsorption de l'eau

sur des gels de silice - que la monocouche était formée pour 7,4% d'eau (valeur déduite des isothermes diélectriques) et 7% d'eau (valeur déduite de la chaleur de sorption).

Signalons cependant que Nair (25) trouve que l'encombrement d'une molécule d'eau est voisin de 26 \AA^2 . Dans ce cas, le pourcentage d'eau nécessaire pour qu'une monocouche soit formée est sensiblement 9%. Nair remarque que l'encombrement de 26 \AA^2 est égal à l'aire occupée par deux groupes "silanol" dans un gel saturé; chaque molécule d'eau adsorbée doit être reliée par pont hydrogène à deux groupes hydroxyles de la surface.

Si nous admettons comme exacte la valeur expérimentale de la teneur en eau nécessaire à la formation d'une monocouche, déduite de nos mesures (7,5%), et une valeur de la surface spécifique des gels de silice utilisés de $800 \text{ m}^2 / \text{g}$, nous sommes conduits à admettre pour une structure idéale un encombrement de la molécule d'eau égal à 31 \AA^2 .

CONCLUSION.

L'étude à large bande de fréquences, sur échantillon unique, de diélectriques hétérogènes est nécessaire si l'on veut préciser valablement les propriétés électriques présentées aux hautes fréquences par les diélectriques solides poreux.

L'étude que nous avons effectuée a été rendue possible par les progrès technologiques récents dans les générateurs hyperfréquences wobulés à puissance de sortie constante, les réflectomètres à large bande de fréquences, les transitions, et en général dans tous les composants hyperfréquences (atténuateurs variables étalonnés, détecteurs apériodiques.....).

Dans notre travail, nous avons montré qu'il est nécessaire de contrôler en continu la pureté de l'onde, en particulier en guide surdimensionné, si l'on veut pouvoir assurer que la mesure ait un sens. Pour cela, les effets des perturbations de toutes natures - modes parasites, résonances, effets de fenêtre.... - doivent être négligeables.

Nous avons montré qu'il est indispensable d'utiliser en guide surdimensionné des transitions très progressives, réalisant des adaptations à large bande de fréquences.

Par la mise au point de transitions au profil soigneusement étudié, nous avons pu assurer une propagation monomode (TE_{01}) à large bande de fréquences.

Ce procédé de mesure en guide surdimensionné peut être appliqué

à l'étude des propriétés de l'admittance d'entrée d'une cellule guide d'ondes remplie de diélectrique et donc à la détermination des constantes diélectriques de solides poreux.

Nous avons utilisé ce procédé pour étudier aux hautes fréquences, à large bande, les propriétés électriques présentées par des gels de silice partiellement hydratés, en vue de préciser le comportement en H.F de l'eau adsorbée, la valeur de l'énergie d'activation..... Les mesures ont en outre été effectuées sur une large gamme de températures.

L'étude des propriétés diélectriques de ces gels nous a permis de trouver une valeur de l'énergie d'activation du domaine H.F (domaine III) voisine de 0,40 eV.

D'autre part, la fréquence critique et l'amplitude du domaine augmentent avec le pourcentage d'eau adsorbée, alors que le paramètre de distribution diminue.

Nous avons pu aussi mettre en évidence la formation, pour un pourcentage d'eau adsorbée voisin de 7,5% , d'une monocouche:

- pour un pourcentage d'eau adsorbée inférieur ou égal à 7,5% , les liaisons adsorbant-adsorbé sont très rigides;
- pour un pourcentage d'eau adsorbée supérieur à 7,5% , une multicouche apparaît et les liaisons adsorbant-adsorbé des couches extérieures sont beaucoup moins rigides que les liaisons monocouche-surface.

Ces différents types de liaisons se traduisent par des propriétés électriques différentes.

De nombreux auteurs ont montré l'existence de la monocouche par

l'étude thermodynamique des gels de silice. Notre étude électrique aux hautes fréquences, à large bande, nous a permis de confirmer leurs résultats.

L'utilisation de la technique du guide surdimensionné est particulièrement bien adaptée à l'étude en continu des variations des constantes diélectriques des solides poreux: elle joint rapidité de mesure et de dépouillement.

ANNEXE 1

EXEMPLE DE DEPOUILLEMENT
DE MESURES

MATERIAUX HETEROGENES

MESURE DE ϵ^* CELLULE CC MODE TE

Substance : Gel de Silice

Date

Etat : 5,3 % H₂O

Température : 25°C

cellule h : 25 mm X

Déterminer les fréquences f_1, f_2 pour lesquelles la cellule de profondeur h donne un coefficient de réflexion minimum.

$f_1 = 8,78 \text{ GHz}$

atténuation CC : 81,5
Produit : 4,5

$\Delta_{dB} = 27 \text{ dB}$

Gauche Droite

$f_1 \rightarrow \left| \begin{array}{l} \epsilon' = 3,48 \\ n = 5 \\ \lambda'_g = 20 \text{ mm} \end{array} \right.$

$\Delta_{dB} \rightarrow S = 1,033$

$g = S = 1,033$

Droite

~~$\frac{I}{S} =$~~

~~Gauche~~

$f_1 \left| \begin{array}{l} \lambda_g = 31,34 \text{ mm} \\ I - d = 0,4399 \end{array} \right.$

$B = \frac{\lambda_g}{I} = 2,57 \quad B^2 = 6,60$

$\frac{g}{B} = \text{th } n \frac{\pi}{2} \frac{A}{B} = 0,425$

$n \frac{\pi}{2} \frac{A}{B} = 0,452$

$\frac{A}{B} = 0,0575$

$\epsilon''_f = 2 \frac{A}{B} B^2$

$\epsilon'' = \epsilon''_f (I - d) = 0,334$

$f_2 = 11,95 \text{ GHz}$

Atténuation CC : 27,7
Produit : 4,2

$\Delta_{dB} = 23,5 \text{ dB}$

Gauche Droite

$f_2 \rightarrow \left| \begin{array}{l} \epsilon' = 3,40 \\ n = 7 \\ \lambda'_g = 14,28 \text{ mm} \end{array} \right.$

$\Delta_{dB} \rightarrow S = 1,14$

$g = S = 1,14$

Droite

~~$\frac{I}{S} =$~~

~~Gauche~~

$f_2 \left| \begin{array}{l} \lambda_g = 30 \text{ mm} \\ I - d = 0,6989 \end{array} \right.$

$B = \frac{\lambda_g}{I} = 2,1 \quad B^2 = 4,40$

$\frac{g}{B} = \text{th } n \frac{\pi}{2} \frac{A}{B} = 0,543$

$n \frac{\pi}{2} \frac{A}{B} = 0,61$

$\frac{A}{B} = 0,055$

$\epsilon''_f = 2 \frac{A}{B} B^2 =$

$\epsilon'' = \epsilon''_f (I - d) = 0,342$



ANNEXE 2

TABLEAUX DE MESURES H. F.

Gel de Silice 3,5 % H₂O

	T° = + 75°	+ 50°C	+ 25°C	0°C	- 25°C	- 50°C	- 75°C
f	8,51 GHz	8,78 GHz	8,88 GHz	9,02 GHz	9,28 GHz	9,50 GHz	9,67 GHz
ε'	3,70	3,47	3,40	3,29	3,14	2,97	2,87
ε''	0,415	0,393	0,307	0,239	0,178	0,115	0,085
f	11,54 GHz	11,77 GHz	12,06 GHz	12,12 GHz	12,40 GHz		
ε'	3,66	3,47	3,32	3,28	3,13		
ε''	0,445	0,386	0,29	0,229	0,168		
f		18,22 GHz	18,54 GHz	18,65 GHz	19,03 GHz	19,65 GHz	19,67 GHz
ε'		3,41	3,29	3,26	3,12	2,93	2,93
ε''		0,319	0,254	0,214	0,162	0,100	0,066
f	21,38 GHz	21,78 GHz	22,13 GHz	21,94 GHz	22,50 GHz	23,18 GHz	23,18 GHz
ε'	3,42	3,30	3,19	3,25	3,09	2,91	2,91
ε''	0,283	0,285	0,237	0,212	0,147	0,100	0,077
f	24,35 GHz	24,70 GHz	25,40 GHz	25,50 GHz	25,80 GHz		
ε'	3,42	3,19	3,18	3,17	3,08		
ε''	0,305	0,27	0,251	0,183	0,138		

Gel de Silice 5,3 % H₂O

	+ 75°C	+ 50°C	+ 25°C	0°C	- 25°C	- 50°C	- 75°C
f	8,30 GHz	8,58 GHz	8,78 GHz	9,007 GHz	9,27 GHz	9,30 GHz	9,66 GHz
ε'	3,88	3,64	3,48	3,31	3,14	3,09	2,87
ε''	0,450	0,445	0,334	0,25	0,1625	0,12	0,087
f	11,32 GHz	11,66 GHz	11,95 GHz	12,11 GHz			
ε'	3,78	3,58	3,40	3,29			
ε''	0,440	0,438	0,342	0,26			
f		18,20 GHz	18,55 GHz	18,75 GHz	19,02 GHz	19,44 GHz	19,65 GHz
ε'		3,42	3,29	3,22	3,13	3,03	2,93
ε''		0,334	0,279	0,2035	0,155	0,106	0,070
f	21,03 GHz	21,39 GHz	21,77 GHz	21,94 GHz	22,32 GHz	22,75 GHz	23,18 GHz
ε'	3,53	3,41	3,28	3,21	3,12	3,02	2,91
ε''	0,328	0,266	0,238	0,19	0,16	0,1135	0,089
f	24,36 GHz	24,70 GHz	25,07 GHz	25,35 GHz	25,78 GHz	26,17 GHz	
ε'	3,48	3,38	3,27	3,20	3,10	3	
ε''	0,322	0,306	0,254	0,19	0,137	0,09	

BUS
LILLE

Gel de silice 8,7 % H₂O

	+ 75 °C	+ 50°C	+ 25°C	0°C	- 25°C	- 50°C	- 75 °C
f		8,11 GHz	8,40 GHz	8,78 GHz	9,06 GHz	9,29 GHz	9,67 GHz
ε'		4,06	3,80	3,47	3,26	3,11	2,85
ε''		0,66	0,533	0,355	0,236	0,128	0,100
f	10,34 GHz	10,97 GHz	11,20 GHz	11,97 GHz	12,35 GHz		
ε'	4,52	4	3,74	3,38	3,17		
ε''	0,646	0,55	0,496	0,358	0,215		
f				18,47 GHz	19 GHz	19,10 GHz	19,65 GHz
ε'				3,32	3,14	3,10	2,93
ε''				0,29	0,211	0,11	0,06
f		20,44 GHz	21,34 GHz	21,76 GHz	22,40 GHz	22,54 GHz	22,76 GHz
ε'		3,74	3,43	3,30	3,11	3,08	3,02
ε''		0,37	0,327	0,215	0,183	0,11	0,07
f		23,60 GHz	24,60 GHz	24,90 GHz	25,84 GHz	26 GHz	
ε'		3,71	3,41	3,32	3,08	3,05	
ε''		0,36	0,34	0,25	0,16	0,09	

Gel de Silice 10,9 % H₂O

	+ 75 °C	+ 50 °C	+ 25 °C	0°C	- 25 °C	- 50 °C	- 75 °C
f		7,93 GHz	8,30 GHz	8,74 GHz	9,02 GHz	9,29 GHz	9,66 GHz
ε'		4,26	3,88	3,51	3,30	3,12	2,87
ε''		0,665	0,615	0,46	0,27	0,135	0,08
f		10,88 GHz	11,20 GHz	11,76 GHz	12,14 GHz		
ε'		4,08	3,85	3,50	3,27		
ε''		0,645	0,59	0,43	0,242		
f				18 GHz	18,96 GHz	19,44 GHz	19,66 GHz
ε'				3,49	3,15	3,02	2,93
ε''				0,33	0,20	0,105	0,04
f			18,40 GHz	21,54 GHz	22,23 GHz	22,75 GHz	23,18 GHz
ε'			3,76	3,37	3,15	3,02	2,91
ε''			0,54	0,26	0,196	0,131	0,076
f		22,74 GHz	23,62 GHz	25,10 GHz	25,54 GHz	26,18 GHz	
ε'		4	3,70	3,26	3,15	3	
ε''		0,50	0,43	0,245	0,19	0,100	

BUS
LILLE

Gel de Silice 15 % H₂O

	+ 75 °C	+ 50 °C	+ 25 °C	0°C	- 25 °C	- 50 °C	- 75°C
f		7,92 GHz	8,10 GHz	8,40 GHz	9,01 GHz	9,28 GHz	
ε'		4,32	4,06	3,80	3,30	3,10	
ε''		0,72	0,655	0,39	0,313	0,151	
f			18,20 GHz	18,91 GHz	19,68 GHz	20,75 GHz	
ε'			3,82	3,54	3,27	2,94	
ε''			0,46	0,35	0,253	0,123	
f		22,75 GHz	23,60 GHz	24,24 GHz	25,25 GHz		
ε'		4	3,70	3,52	3,23		
ε''		0,446	0,425	0,37	0,207		

BUS
VILLE

BIBLIOGRAPHIE

- (1) A. LEBRUN Méthodes de mesures de la permittivité complexe des diélectriques du continu à l'infrarouge. Contrat D.G.R.S.T. 62, FR 107
- (2) R. ARNOULT, A. LEBRUN Onde Elec. N° 35 p. 448, Mai 1955
- (3) J. VINDEVOGHEL D.E.A. Lille 1966
- (4) MARCUWITZ Waveguide Handbook
- (5) MONTGOMERY Principles of microwaves circuits, Mc Graw-Hill, 1948
- (6) YOUNG Advances in microwaves, Academic Press 1966
- (7) CHAMBERS British Journal Applied Phys. Vol. 4 Févr. 1953
- (8) VARTANIAN IRE Trans. Avr. 58, p. 215-222
- (9) MEIER IRE Trans. Mars 1964, p. 171-175
- (10) WEGROVE Onde Elec. N° 442, Janv. 1964
- (11) F.C. DE RONDE Trans. IEEE, MTT 12-1, 112
- (12) M. LEFEBVRE Thèse 3è Cycle Lille 1966
- (13) M.J. CONTE Thèse 3è Cycle Toulouse 1964
- (14) PEAUDECERF, LEFEUVRE C.R. Acad. Sc. T. 261, 13 Sept. 1965, Cr. 5
- (15) HEWLETT-PACKARD Swept frequency techniques, Appl. Note 1965 Aout 1965
- (16) M. NENNIN Mémoire C.N.A.M. Lille 1966
- (17) A. LEBRUN Thèse Doctorat, Lille 1953

- (18) R. HURETZ Rapport I.R.F.L. 1967
- (19) MESURES NON PUBLIEES Labo. DIELECTRIQUES LIQUIDES
- (20) M. DESCARPENTRIERES Thèse Doct. Ing. Lille 1966
- (21) A. CHAPON Thèse 3è Cycle Lille 1966
- (22) J.M. MACRENTER Mémoire C.N.A.M., Lille 1965
- (23) J. FONTAINE - C.R. Acad. Sc. 28-4-68, CrB-266, p. 1227-1229
- Publication à paraître
- (24) EYRAUD Thèse Doctorat, Lyon 1965
- (25) MAIR - THORP Trans. Faraday Society n° 509, Vol. 61, Part. 5
Mai 1965
- (26) THORP Trans. Faraday Society 1959-55-142
- (27) THORP J. Physic. Chem. 1952, 66, 1086
- (28) KUROSAKI J. Physic. Chem. 1954, 58, 320
- (29) HIGUCHI-SHITAZU J. Physic. Chem. 1952, 56, 198

TABLE DES MATIERES

	pages
<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>1^{ère} PARTIE</u>	3
Principe des mesures de $\epsilon^* = \epsilon' - j \epsilon''$	
Etude de la propagation d'une onde TE à large bande de fréquences.	
<u>I. Principe des mesures de $\epsilon^* = \epsilon' - j \epsilon''$</u>	4
I.1. Rappels sur la propagation d'une onde transverse dans un guide avec diélectrique - Notations utilisées.	4
I.2. Principe des mesures	5
a) Cellule de longueur infinie	6
b) Cellule de longueur finie	6
c) Cas particulier : cellule court-circuitée	8
d) Analyse du système d'ondes	8
Mesureur de T.O.S.	
Réflectomètre	
I.3. Sur le choix des hauteurs de cellules à utiliser	11
<u>II. Impératifs de mesures liés à la nature des échantillons</u>	15
II.1. Généralités	15
II.2. Examen de quelques méthodes de mesures possibles	15
II.2.1. Utilisation de guides surdimensionnés	16
II.2.2. Utilisation de cellules composites	16
II.2.3. Utilisation de transformateurs d'impédances	17
II.2.4. Choix de la méthode	19
<u>III. Propagation en guide surdimensionné (G.S.D.)</u>	20
III.1. Modes de propagation	20
III.2. Atténuation dans un G.S.D.	23

III.3. Etude des modes de propagation dans un G.S.D.	24
III.3.1. Dispositif de visualisation des anomalies de propagation	24
III.3.2. Excitation d'un G.S.D. - Etude de la transition	27
III.3.3. Filtrage des modes supérieurs	28
III.3.4. Eléments S_{ij} de la matrice transmission de la transition	32
a) Méthode de mesure	32
b) Résultats expérimentaux	34
c) Conclusions	34
III.4. Conclusions	35

2ème PARTIE

Sur les propriétés de l'admittance d'entrée d'une cellule guide d'ondes remplie de diélectrique, à large bande de fréquences. 36

Introduction 37

I. Courbes observées - Méthode de dépouillement des mesures 37

- I.1. Courbes visualisées
- I.2. Indétermination sur le système d'ondes stationnaires existant dans la cellule de mesure 40
- I.3. Indétermination sur la phase du minimum de coefficient de réflexion 41

II. Méthode de mesure de ϵ^* 42

- II.1. Constitution du dispositif de mesure 42
- II.2. Contrôle des anomalies de propagation : étude dynamique de l'admittance d'entrée de la cellule de mesure 45
- II.3. Etude statique : mesure de l'admittance d'entrée de la cellule à fréquence fixe 45
- II.4. Exemple de dépouillement de mesures 47

III. Contrôle des dispositifs de mesure à partir de diélectriques liquides pris comme étalons secondaires	48
---	----

<u>3ème PARTIE</u>	49
--------------------	----

Propriétés électriques des gels de silice de 7 à 40 GHz

<u>Introduction</u>	50
---------------------	----

<u>I. Résultats expérimentaux</u>	50
-----------------------------------	----

I.1. Spectres Hertziens	50
-------------------------	----

I.2. Interprétation des mesures BF et HF : existence d'un coefficient de remplissage	51
--	----

I.2.1. Conditions de mesure	51
-----------------------------	----

I.2.2. Détermination du coefficient de remplissage	55
--	----

a) Expérimentalement	55
----------------------	----

b) Calcul théorique	55
---------------------	----

1) Problème plan	55
------------------	----

2) Problème spatial	58
---------------------	----

3) Conclusion	59
---------------	----

<u>II. Interprétation des mesures</u>	59
---------------------------------------	----

II.1. Rappels sur la polarisation électrique des corps poreux	59
---	----

II.2. Généralités	61
-------------------	----

II.3. Energie d'activation d'un domaine de relaxation	62
---	----

II.4. Variation de la fréquence critique f_c en fonction du pourcentage d'eau adsorbée	64
--	----

II.5. Amplitude du domaine	64
----------------------------	----

II.6. Variation de ϵ' et ϵ'' en fonction du pourcentage d'eau adsorbée	65
--	----

II.7. Paramètre de distribution α	65
--	----

II.8. Interprétation des mesures-Existence d'une mono couche	66
--	----

<u>CONCLUSION</u>	73
-------------------	----

