

**THESE DE 3° CYCLE**

**MESURE DE LA PERMITTIVITE  
COMPLEXE DE MATERIAUX  
A PARTIR DE LIGNES  
MICROFENTES**



Membres du jury: M. <b>CONSTANT</b>	Président
M. <b>RACZY</b>	Rapporteur
M. <b>FONTAINE</b>	Examineur
M. <b>SALMER</b>	Examineur

**PRESENTEE LE 7 DECEMBRE 1973**

**PAR**

**yves DRUELLE**



### PROFESSEURS TITULAIRES (suite)

M. TRIDOT Gabriel	Chimie
M. VAILLANT Jean	Mathématiques
M. VIDAL Pierre	Automatique
M. VIVIER Emile	Biologie Animale
M. WERTHEIMER Raymond	Physique
M. ZEYTOUNIAN Radyadour	Mathématiques

### PROFESSEURS A TITRE PERSONNEL

M. BOUISSET Simon	Physiologie Animale
M. DELHAYE Michel	Chimie
M. DERCOURT Jean-Michel	Sciences de la Terre
M. LEBRUN André	Electronique (Lille)
M. LEHMANN Daniel	Mathématiques
M. LINDER Robert	Botanique
M. LUCQUIN Michel	Chimie Physique
M. PARREAU Michel	Mathématiques Appliquées
M. SCHILTZ René	Physique

### PROFESSEURS SANS CHAIRE

M. BELLET Jean	Physique
M. BILLARD Jean	Physique
M. BODARD Marcel	Botanique
M. BOILLET Pierre	Physique
M. BONNOT Ernest	Biologie
M. BRIDOUX Michel	I.U.T. Béthune
M. CAPURON Alfred	Chimie Minérale
M. DEPRez Gilbert	I.U.T. Lille
M. DEVRAINNE Pierre	Chimie Minérale
M. GOUDMAND Pierre	Chimie Physique
M. GRUSON Laurent	Mathématiques
M. GUILBAULT Pierre	Biologie
M. LABLACHE-COMBIER Alain	Chimie
M. LACOSTE Louis	Biologie
M. LANDAIS Jean	Chimie
Mme LEHMANN Josiane	Mathématiques
M. LOUCHEUX Claude	Chimie
M. MAES Serge	Physique
Mle MARQUET Simone	Mathématiques
M. MONTEL Marc	Physique
M. MONTUELLE Bernard	I.U.T. Lille
M. PANET Marius	I.E.E.A.
M. SALMER Georges	I.E.E.A.
M. SEGUIER Guy	I.U.T. Béthune

### MAITRES DE CONFERENCES (et chargés de fonctions)

M. ADAM Michel	Economie Politique
M. ANDRE Charles	Sciences Economiques
M. ANGRAND Jean-Pierre	Géographie
M. ANTOINE Philippe	Mathématiques
M. AUBIN Thierry	Mathématiques
M. BART André	Biologie

MAITRES DE CONFERENCES (et chargés de fonctions) suite

M. BEGUIN Paul	Mécanique des Fluides
M. BKUCHE Rudolphe	Mathématiques
M. BOILLY Bénoni	Biologie
M. BONNEMAIN Jean-Louis	Biologie Végétale
M. BOSQ Denis	Mathématiques
M. BREZINSKI Claude	I.E.E.A.
M. BRUYELLE Pierre	Géographie et Aménagement Spatial
M. CARREZ Christian	I.E.E.A.
M. CORDONNIER Vincent	Informatique
M. CORTOIS Jean	Physique
M. COQUERY Jean-Louis	Biologie
M. CCULON Jean	I.E.E.A.
Mlle DACCHARI Monique	Géographie et Aménagement Spatial
M. DEBOURSE Jean-Pierre	Sciences Economiques et Sociales
M. DEBRABANT Pierre	Sciences Appliquées
M. DELAUNAY Jean-Claude	Sciences Economiques et Sociales
M. DERIEUX Jean-Claude	Biologie (I.U.T.)
M. DOUKHAN Jean-Claude	Physique
M. DRIEUX Baudouin	I.E.E.A.
M. DUEE Gérard	Sciences de la Terre
M. DYMENT Arthur	Mathématiques
M. ESCAIG Bertrand	Physique
Mme EVRARD Micheline	Chimie (I.U.T.)
M. FONTAINE Jacques-Marie	I.U.T. Lille
M. FOURNET Bernard	I.U.T. Lille
M. FROELICH Daniel	Sciences Appliquées
M. GAMBLIN André	Géographie
M. GOBLOT Rémi	Mathématiques
M. GOSSELIN Gabriel	Sociologie
M. GRANELLE Jean-Jacques	Sciences Economiques
M. GUILLAUME Henri	Sciences Economiques et Sociales
M. HECTOR Joseph	S.E.N. Chais
M. HERMAN Maurice	Physique
M. HUARD DE LA MARRE Pierre	I.E.E.A.
M. JOURNEL Gérard	Sciences Appliquées
Mlle KOSMANN Yvette	Mathématiques
M. KREMBEL Jean	Chimie
M. LAURENT François	Automatique
Mlle LEGRAND Denise	Mathématiques
Mlle LEGRAND Solange	Mathématiques
M. LENTACKER Firmin	Géographie et Aménagement Spatial
M. LEROY Jean-Marie	E.N.S.C.L.
M. LEROY Yves	Electronique (Lille)
M. LHENAFF René	Géographie
M. LOCQUENEUX Robert	Physique
M. LOUAGE Francis	Sciences Appliquées
M. MAHIEU Jean-Marie	Physique (I.U.T. Lille)
Mme MAILLET Monique	Sciences Economiques et Sociales
M. MAIZIERES Christian	I.E.E.A.
M. MALAUSSENA Jean-Louis	Sciences Economiques et Sociales
M. MESSELYN Jean	Physique
M. MIGEON Michel	Chimie (Sciences Appliquées)
M. MOTZKIN Joseph	Mathématiques
M. MONTUELLE Bernard	I.U.T. Lille
M. NICOLE Jacques	Chimie (E.N.S.C.L.)
M. PAQUET Jacques	Sciences Appliquées
M. PARSY Fernand	Mathématiques
M. PECQUE Marcel	Chimie (Béthune)
M. PERROT Pierre	Chimie

MAITRES DE CONFERENCES (et chargés de fonctions) suite

M. PERTUZON Emile	Biologie
M. PONSOLLE Louis	Chimie (Valenciennes)
M. POVY Jean-Claude	Sciences Appliquées
M. RACZY Ladislas	Physique
M. ROGALSKI Marc	Mathématiques
M. ROUSSEAU Jean-Paul	Physiologie Animale
M. ROY Jean-Claude	Biologie
Mme N'GUYEN VAN CHI Régine	Géographie et Aménagement Spatial
M. SIMON Michel	Psychologie
M. SLIWA Henri	Chimie
M. SMET Pierre	Physique
M. SOMME Jean	Géographie
Mle SPIK Geneviève	Chimie Biologique
M. THERY Pierre	Calais
M. TOULOTTE Jean-Marc	Sciences Appliquées
M. TREANTON Jean-René	Sciences Economiques et Sociales
M. VANDORPE Bernard	Chimie Physique
M. VILETTE Michel	Génie Mécanique (Béthune)
M. WERNER Georges	Informatique (I.U.T. Lille)
M. WATERLOT Michel	Géologie
Mme ZINN JUSTIN Nicole	Mathématiques

*A mes Parents.*

*Ce travail a été effectué au "Centre de Recherche sur les Propriétés Hyperfréquences des Milieux Condensés", de l'Université des Sciences et Techniques de LILLE.*

*Je tiens à exprimer mes remerciements et ma reconnaissance envers Monsieur le Professeur RACZY, pour l'aide qu'il m'a apportée tout au long de ce travail.*

*Je remercie Monsieur le Professeur CONSTANT qui me fait l'honneur de présider mon Jury.*

*J'adresse toute ma reconnaissance à Monsieur le Professeur SALMER ainsi qu'à Monsieur le Professeur FONTAINE, qui ont bien voulu juger mon travail.*

*Mes remerciements vont aussi à l'ensemble du personnel technique et administratif pour l'aide constante qu'ils m'ont apportée et en particulier à Mademoiselle HANNON, qui a bien voulu dactylographier ce travail.*



- I N T R O D U C T I O N -

---

*La miniaturisation des circuits tant dans le domaine traditionnel des circuits à constantes localisées, que dans celui des hyperfréquences, est l'un des objectifs permanents des laboratoires spécialisés en vue d'application terrestres ou spatiales de plus en plus nombreuses. C'est ainsi que les dimensions souvent prohibitives des guides d'ondes et autres "conducteurs" d'énergie hyperfréquence ont suscité l'étude de nouvelles lignes de transmissions et de composants passifs réalisés à partir de ces lignes (lignes triplaques, microrubans, microfentes, microguides etc ...).*

*L'apparition récente des lignes microfentes et les études théoriques préliminaires s'y rapportant (2) (16) (17) (18), nous ont incités à étudier tant sur le plan théorique qu'expérimental la réalisation de dispositifs de mesure à large bande de fréquence des propriétés diélectriques des matériaux.*

*La méthode consiste à déterminer le plus rapidement possible à température variable et dans la gamme de fréquence la plus large, les composantes réelles et imaginaires de la constante de propagation d'une onde électromagnétique dans le milieu diélectrique.*

*Bien que de nombreux dispositifs aient déjà été proposés, l'originalité de notre méthode tient essentiellement à la faible quantité de produit nécessaire à la mesure, ce qui permet d'envisager la caractérisation de liquides disponibles en faible quantité tels les cristaux liquides. Par ailleurs, l'utilisation de ponts de mesures hyperfréquences automatiques dans une large gamme de fréquence, (0,5 - 12 GHz) donne une détermination rapide de la permittivité.*



*Dans une première partie, nous rappelons brièvement les résultats théoriques existants, relatifs à la propagation sur les lignes microfentes, afin de dégager une relation simple permettant de relier les mesures aux composantes de la permittivité complexe.*

*Dans une seconde partie, nous décrivons les systèmes permettant de mesurer la permittivité de matériaux liquides. Nous précisons les problèmes posés par la réalisation technologique.*

*Dans une troisième partie, nous donnons les résultats concernant les mesures effectuées sur un certain nombre de liquides. Nous étudions plus particulièrement pour l'iodure de méthyle, le temps de relaxation de la molécule et ses variations en fonction de la température.*

*Enfin, compte tenu des résultats obtenus, nous étudions la possibilité d'application de la méthode en laboratoire et son extension au contrôle des qualités d'un produit dans une chaîne de production industrielle.*

-----

CHAPITRE I

- RAPPELS THEORIQUES -

Nous nous proposons, dans ce chapitre, de rappeler les bases théoriques permettant de caractériser la propagation dans les lignes microfentes (slots-lines).

1 - DEFINITION DE LA LIGNE MICROFENTE

Considérons un substrat diélectrique d'épaisseur  $d$ , métallisé sur une seule face. Réalisons dans ce plan conducteur une microfente de largeur  $W$  (figure I-1).

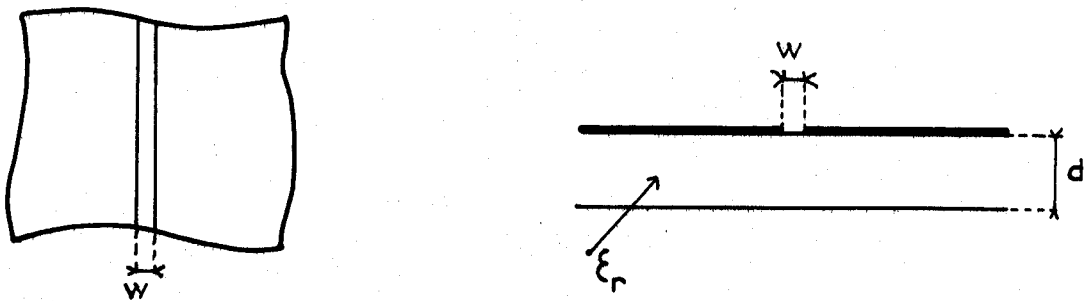


figure- I 1-

Nous nous proposons de déterminer la constante de propagation dans la ligne, ainsi qu'une expression de l'impédance "caractéristique". A notre connaissance, une approche de ces problèmes a été effectuée par GALEJS (1) et S.B. COHN (2).

2 - THEORIE DE GALEJS

Soit une ligne microfente de longueur infinie, dans un plan conducteur qui sépare un milieu diélectrique sans perte d'un milieu diélectrique comportant des pertes (figure I-2).

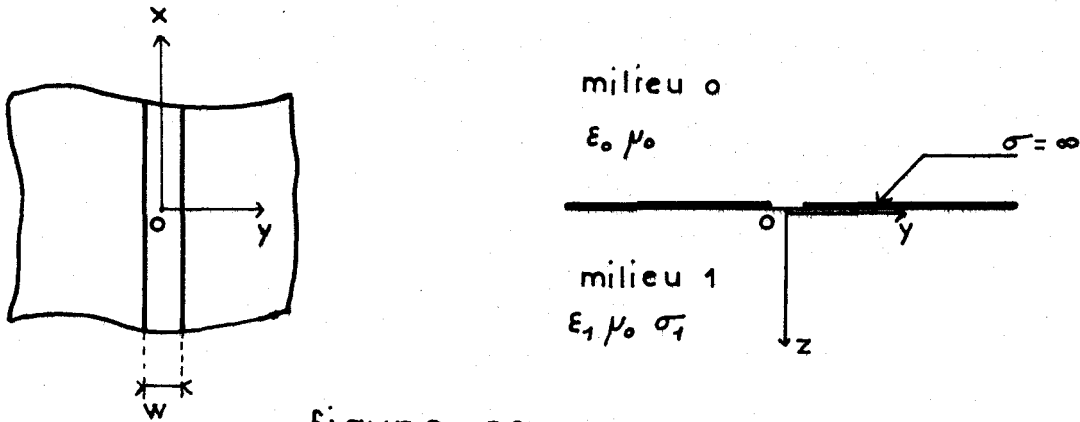


figure - 12 -

Une source de courant  $I_y$  située à  $x = 0$ , à l'interface des deux diélectriques, excite la ligne microfente. La théorie de GALEJS (1) permet de déterminer l'expression du potentiel transversal sur la ligne. Une équation intégrale de la forme :

$$v'' + k^2 v = h(x) \tag{I-1}$$

où 
$$v = \iint_{\text{slot}} dx' dy' E_y(x'y') (G_0 + G_1) \tag{I-2}$$

permet de déterminer le potentiel en tout point de la ligne.

$$G_n = \frac{\exp(j k_n r)}{r} \tag{I-3}$$

$$r = [(x - x')^2 + (y - y')^2]^{1/2} \tag{I-4}$$

$$k_n^2 = -\omega^2 \mu_0 \epsilon_0 \left( \epsilon_{rn} - j \frac{\sigma_n}{\omega \epsilon_0} \right) \tag{I-5}$$

$n = 0$  pour le milieu 0

$n = 1$  pour le milieu 1

$$k_n^2 + \omega^2 \mu_0 \epsilon_0 \epsilon_{rn}^* = 0$$

avec 
$$\epsilon_{rn}^* = (\epsilon'_n - j\epsilon''_n) = \epsilon_{rn} - j \frac{\sigma_n}{\omega \epsilon_0} \tag{I-5}$$

Les solutions sont de la forme :

$$- C_1 V(x) = A(x) \sin kx + B \cos kx - \Lambda(x) \tag{I-6}$$

$C_1$  et  $B$  sont des constantes,  $\Lambda(x)$  est une fonction intégrale,  $A(x)$  est de la forme :

$$A(x) = \frac{2j\pi\omega\mu_0 I_y}{k} + \text{cste} \tag{I-7}$$

$$k^2 = \frac{k_0^2 + k_1^2}{2} \quad (I-8)$$

$$C_1 = 4 \log \frac{8}{W \sqrt{k_0 k_1}} + 2j\pi - 4 C \quad (I-9)$$

Nous obtenons une solution d'ordre zéro en négligeant le terme  $\Lambda(x)$  dans l'équation (I-2). Substituons  $A(x)$  dans (I-2), la solution  $V_0(x)$  s'écrit :

$$- C_1 V_0(x) = - j B (\sin kx + j \cos kx) \quad (I-10)$$

en posant :

$$- j B = \frac{2j\pi\omega\mu_0 I_y}{k} + \text{cste} \quad (I-11)$$

$V_0(x)$  peut aussi s'écrire :

$$V_0(x) = \frac{\pi \omega \mu_0 I_y}{k c_1} e^{ik|x|} \quad (I-12)$$

$k$  est la constante de propagation donnée par (I-8).

En combinant les expressions (I-5) et (I-8), on en déduit la relation :

$$\epsilon_r^* = \frac{\epsilon_{r0}^* + \epsilon_{r1}^*}{2} \quad (I-13)$$

qui représente la permittivité moyenne des deux milieux.

Néanmoins, il s'agit d'une solution approchée, obtenue à partir d'une équation intégrale. La solution générale comme le précise GALEJS (1) est extrêmement complexe. Elle apporte des informations quantitatives sur le rayonnement des fentes, lorsqu'elles sont utilisées comme antennes.

Ce type d'utilisation ne présente pas d'intérêt dans le cadre de notre étude, aussi nous n'en retiendrons que les solutions d'ordre zéro, pour la détermination des propriétés diélectriques des matériaux.

COHN propose une solution plus élaborée, mieux adaptée à l'étude de la propagation et basée sur une autre méthode de calcul.

3 - THEORIE DE COHN

Pour utiliser une ligne microfente en ligne de transmission, nous devons minimiser le rayonnement de la fente. Pour ce faire, nous choisissons un substrat diélectrique de permittivité élevée. Par la suite, nous nous placerons expérimentalement dans ces conditions.

Soit une ligne microfente dans laquelle se propage de l'énergie électromagnétique. COHN admet, comme le montre la figure 3, une répartition périodique des champs électriques et magnétiques dans la direction de propagation  $ox$ .

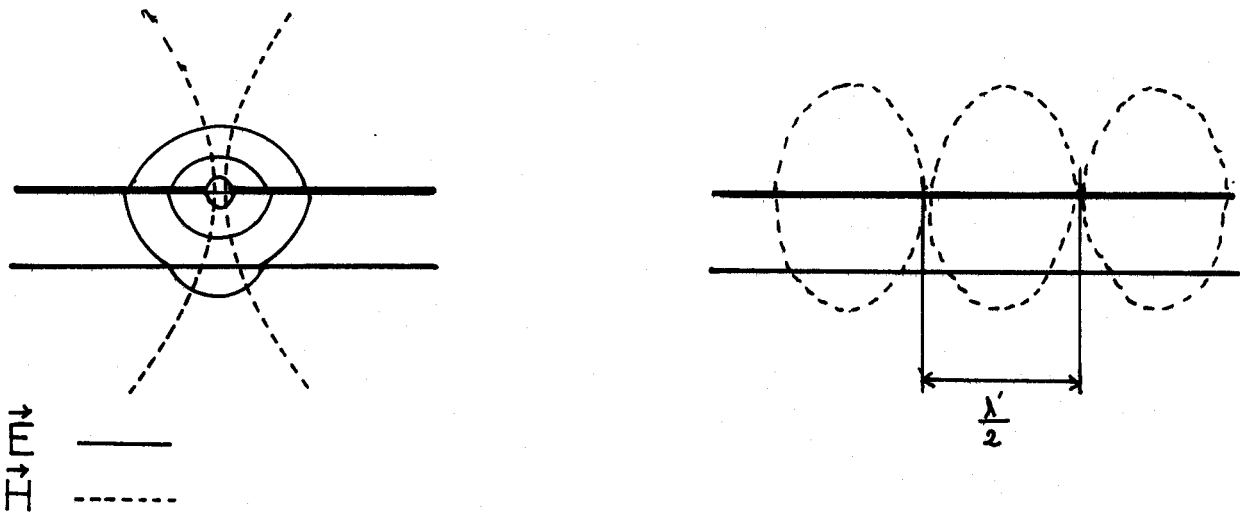


figure - I 3 -

Si  $\lambda'$  représente la longueur d'onde dans la ligne, nous pouvons définir deux plans perpendiculaires à  $ox$ , distants de  $a = \frac{\lambda'}{2}$ . Ils ne perturbent pas le système car dans ces plans, les composantes du champ magnétique sont nulles.

De même, nous pouvons définir deux plans perpendiculaires aux deux premiers et coupant l'axe  $oy$  en des points  $y = \pm \frac{b}{2}$  (figure I-4) pour lesquels les composantes du champ  $E$  sont nulles.

L'espace délimité par les plans ainsi définis,

$$0 < x < a ; \quad \text{et} \quad -\frac{b}{2} < y < \frac{b}{2} \quad (\text{I-14})$$

constitue un guide d'onde rectangulaire, dans lequel la ligne microfente se présente comme un iris capacitif suivi d'un diélectrique d'épaisseur  $d$  (figure I-5).

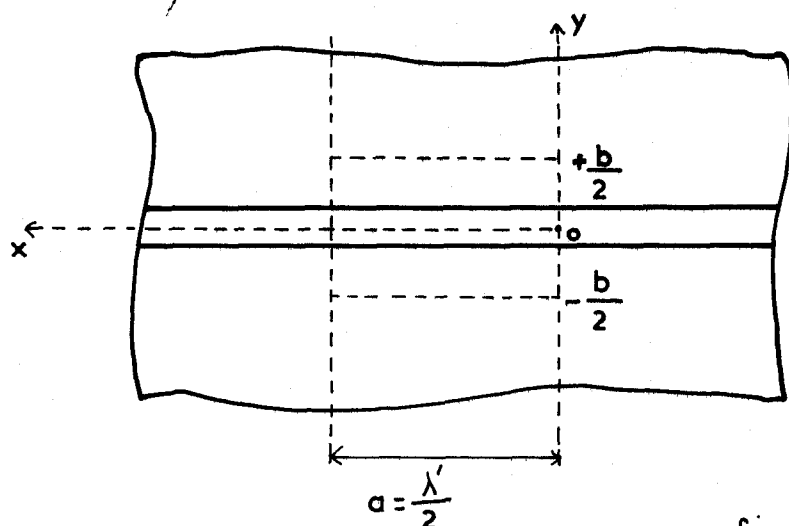


figure -I 4 -

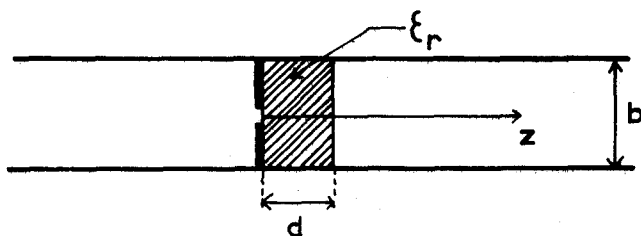


figure -I 5 -

Pour connaître les propriétés de la ligne microfente, il est alors nécessaire de déterminer l'admittance de l'iris capacitif placé dans le guide d'onde.

Le fait de prendre  $a = \frac{\lambda'}{2}$  implique qu'il n'existe qu'un seul maximum du champ électrique, dans le guide, suivant la direction  $ox$ . Dans le plan de l'iris, les champs suivant la direction  $oy$  doivent être maximum dans la fente. De plus, les champs sont symétriques par rapport à l'axe  $ox$ . Il en résulte que dans le guide rectangulaire, ne peuvent exister que des modes  $TE_{1,2n}$  ( $n$  entier  $> 0$ ) et des modes  $TM_{1,2n}$  ( $n$  entier  $\geq 1$ ).

La condition de résonance suivant  $ox$ , dans le plan de l'iris, doit être vérifiée pour tous les modes. Physiquement, l'iris se présente comme une admittance sans perte à la résonance.

Nous pouvons écrire  $B_t = 0$

### 3 - 1 Calcul de l'admittance totale

Nous décomposons le calcul en deux parties, en déterminant successivement les admittances présentées de part et d'autre de l'iris :

3 - 1 - 1 - Admittance vue à travers le diélectrique d'épaisseur d.  
(z > 0)

Supposons que les champs E soient nuls dans les plans situés à  $y = \pm \frac{b}{2}$  ; l'admittance, vue à travers le diélectrique et ramenée dans le plan de l'iris, s'écrit :

$$\eta Y_{i_1} = j \left\{ \frac{au}{2b} \operatorname{tg} \left\{ \frac{\pi u d}{ap} - \operatorname{arc} \operatorname{tg} \frac{v}{u} \right\} + \frac{u^2}{2p} \operatorname{Log} \frac{2}{\pi \delta} + \frac{1}{2p} \sum_{n > 1} \left\{ \frac{\epsilon_r \operatorname{th} r_n - F_{n1}^2 p^2 \operatorname{coth} q_n}{\left( 1 + \left( \frac{b}{2an} \right)^2 \right) F_{n1}} - u^2 \right\} \frac{\sin^2 \pi n \delta}{n(\pi n \delta)^2} \right\} \quad (\text{I-15})$$

ou :

$$\eta = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = 377 \text{ ohms} \quad \delta = \frac{W}{b} \quad p = \frac{\lambda}{a}$$

$$r_n = \gamma_{n1} d + \operatorname{arc} \operatorname{th} \frac{\gamma_{n1}}{\gamma_n \epsilon_r} \quad (\text{I-16})$$

$$q_n = \gamma_{n1} d + \operatorname{arc} \operatorname{coth} \frac{\gamma_n}{\gamma_{n1}} \quad (\text{I-17})$$

$$F_{n1} = \frac{b \gamma_{n1}}{2 \pi n} = \sqrt{1 - \left( \frac{bu}{2anp} \right)^2} \quad (\text{I-18})$$

$$u^2 = \epsilon_r - p^2 \quad v^2 = p^2 - 1 \quad (\text{I-19})$$

3 - 1 - 2 - Admittance vue du coté air (z < 0)

Nous pouvons calculer de la même manière l'admittance interne du guide ramenée dans le plan  $z = 0$ .

Dans ce cas  $\epsilon_r = 1$  et  $d \rightarrow \infty$



Il vient :

$$\eta Y_{i2} = j \left\{ -\frac{av}{2b} - \frac{v^2}{2p} \operatorname{Log} \frac{2}{\pi\delta} + \frac{1}{2p} \sum_{n > 1} v^2 \left(1 - \frac{1}{F_n}\right) \frac{\sin^2 \pi n \delta}{n(\pi n \delta)^2} \right\} \quad (\text{I-20})$$

ou :

$$F_n = \frac{b\gamma_n}{2\pi n} = \sqrt{1 + \left(\frac{bv}{2anp}\right)^2} \quad (\text{I-21})$$

La susceptance totale  $B_t$  ramenée dans le plan  $z = 0$  doit être nulle :

$$\eta \{ Y_{i1} + Y_{i2} \} = j n B_t = 0 \quad (\text{I-22})$$

Les zéros de l'équation (I-22) en fonction des paramètres  $a, b, W, \epsilon_r$ , sont déterminés par calcul numérique. {4}

### 3 - 2 - Extension à deux diélectriques $\epsilon_{r1}, \epsilon_{r2}$

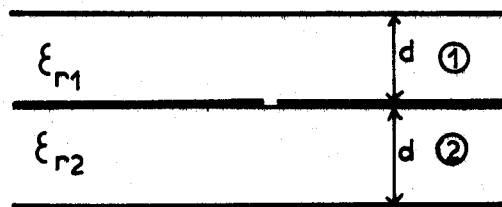


figure -I 6 -

On peut faire un calcul identique au précédent lorsque les deux milieux ont une permittivité respective  $\epsilon_{r1}$  et  $\epsilon_{r2}$  (figure I-6). (12).

Lorsque  $d$  est très grand, l'admittance ramenée dans le plan de l'iris, vue vers le milieu 1 s'écrit :

$$\eta Y_{i1} = j \left\{ \frac{u_1 a}{2b} + \frac{u_1^2}{2p} \operatorname{Log} \frac{2}{\pi\delta} + \frac{1}{2p} \sum_{n > 1} u_1^2 \left(\frac{1}{F_{n1}} - 1\right) \frac{\sin^2 \pi n \delta}{n(\pi n \delta)^2} \right\} \quad (\text{I-23})$$

$$\text{ou : } u_1^2 = \epsilon_{r1} - p^2 \quad \text{et } F_{n1} = \sqrt{1 - \left(\frac{u_1 b}{2anp}\right)^2} \quad \text{et } \delta \ll 1$$

L'admittance ( $nY_{i2}$ ) vue vers le milieu (2) est identique à (I-23) en remplaçant  $u_1^2$  par  $u_2^2 = \epsilon_{r2} - p^2$  et

$$F_{n1} \text{ par } F_{n2} = \sqrt{1 - \left(\frac{u_2 b}{2anp}\right)^2}$$

L'admittance totale est nulle dans le plan de l'iris :

$$n (Y_{i1} + Y_{i2}) = jn B_t = 0 \quad (\text{I-24})$$

Les solutions de l'équation (I-24) calculées numériquement vérifient la solution d'ordre zéro :

$$p = \frac{\lambda}{\lambda'} = \sqrt{\frac{\epsilon_{r1} + \epsilon_{r2}}{2}} \quad (\text{I-25})$$

conforme à la solution d'une propagation de mode T.E.M. sur la ligne.

D'autres méthodes de calcul élaborées au laboratoire (13) confirment cette solution.

La complexité de l'étude numérique lorsque l'un des diélectriques présente des pertes, ne nous permet pas de calculer les zéros de l'équation (I-24).

Nous admettons, dans la suite de notre étude, la validité de la solution d'ordre zéro pour des diélectriques à faibles pertes.

### 3 - 3 - Impédance caractéristique

COHN définit l'impédance caractéristique d'une ligne microfente par :

$$Z_0 = \frac{V^2}{2P} \quad (\text{I-26})$$

ou  $P$  est la puissance moyenne de l'onde électromagnétique dans la direction de propagation  $ox$ .

$V$  est l'amplitude maximum de la tension transversale sur la ligne microfente.

$Z_o$  s'écrit aussi :

$$Z_o = \frac{\pi}{\omega \left( \frac{dB_t}{d\omega} \right)} \frac{v}{v_g} \quad (I-27)$$

ou  $v$  et  $v_g$  sont respectivement la vitesse de phase et la vitesse de groupe de l'onde électromagnétique.

Le calcul de l'impédance caractéristique de la ligne s'effectue numériquement à partir de la relation  $\eta B_t$  (2) et se réduit à :

$$Z_o = 376,7 \frac{v}{v_g} \frac{\pi}{P} \cdot \frac{\Delta P}{-\Delta \eta B_t} \quad (I-28)$$

On constate alors expérimentalement, que l'impédance caractéristique d'une ligne coaxiale de 50 ohms correspond à une impédance de 75 ohms pour une ligne microfente.

#### 4 - CONCLUSION

Nous avons rappelé dans ce chapitre, la théorie de GALEJS et la théorie de COHN relatives à la propagation d'ondes électromagnétiques sur des lignes microfentes.

La méthode de calcul proposée par COHN donne des solutions numériques sur la longueur d'onde dans la microfente, ainsi que sur l'impédance caractéristique de la ligne, mais ne permet pas une détermination simple de la permittivité des diélectriques.

Seule, la solution analytique d'ordre zéro relie de façon simple la constante de propagation à la permittivité des milieux séparés par la microfente. C'est cette solution que nous retiendrons pour la suite de notre travail.

## CHAPITRE II

### - DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX -

Nous présentons dans ce chapitre, les aspects technologiques de la réalisation des cellules, puis nous précisons les montages expérimentaux, en particulier les dispositifs à température largement variable.

#### 1 - DESCRIPTION DE LA CELLULE (FIGURE II-1)

La cellule de mesure se compose d'un support métallique sur lequel est fixé le circuit hyperfréquence proprement dit.

Deux tubes, reliés à une canalisation intégrée au support, permettent une thermostatisation de la cellule.

Une cavité, usinée dans le support et limitant un espace autour de la ligne microfente, retient le liquide à mesurer.

Enfin, des fiches de connections permettent l'adaptation du circuit aux appareils de mesures.

#### 1 - 1 - Réalisation technologique du circuit

Le circuit hyperfréquence est réalisé sur un substrat d'alumine (figure II-2). Nous avons utilisé des substrats d'alumine frittée à 99 % de pureté, fournis par "CACERMET".

Les caractéristiques sont les suivantes :

- épaisseur du substrat  $d = 0,635 \text{ mm}$
- constante diélectrique  $\epsilon_r = 9,6$
- facteur de perte  $< 2 \times 10^{-4}$  jusque 50 GHz
- dimensions  $50,8 \times 50,8 \text{ mm}$

Ces plaquettes d'alumine sont métallisées au laboratoire. Il est important, pour la qualité du circuit, que toutes les opérations technologiques soient réalisées avec beaucoup de soins.

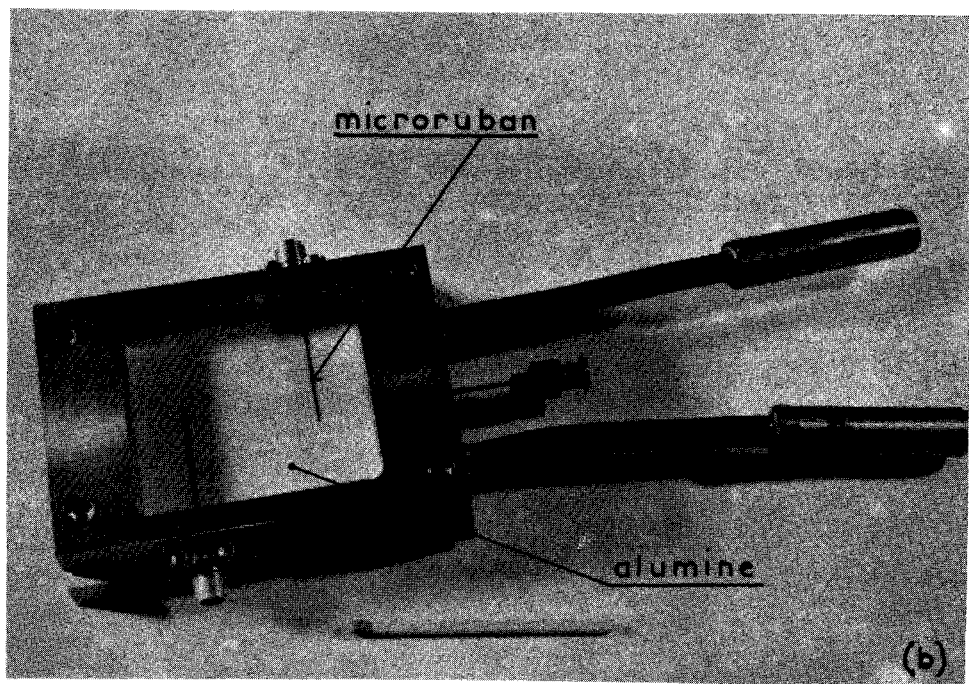
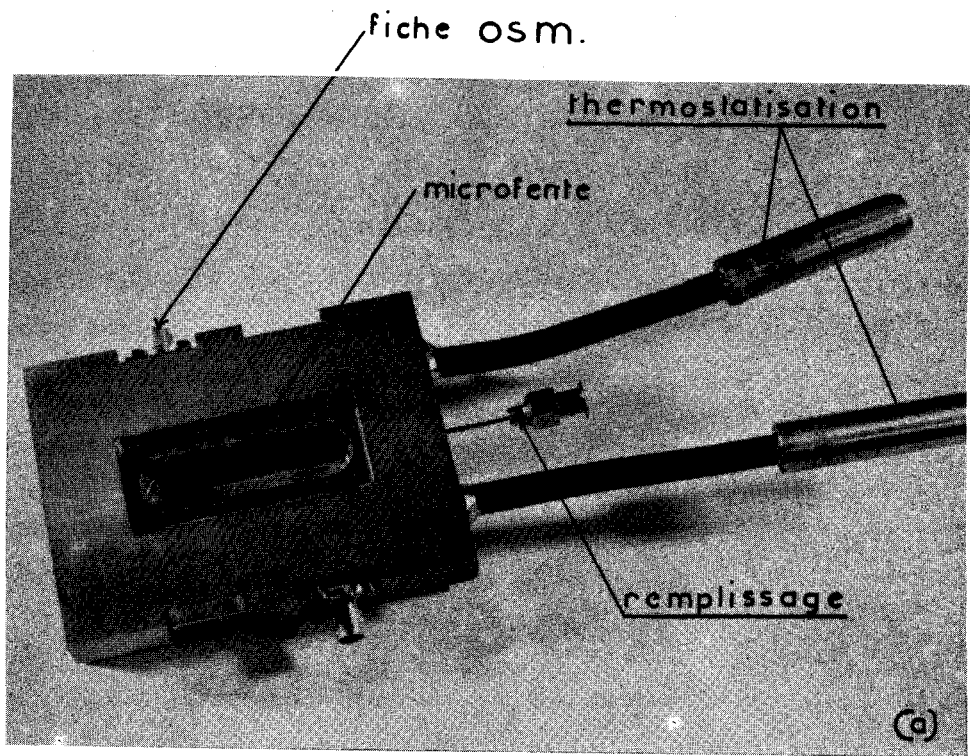


figure-II-

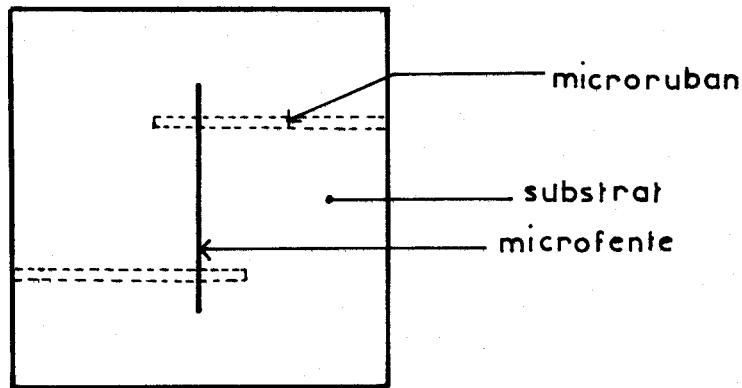


figure - II 2 -

### 1 - 1 - 1 - Métallisation

Après un nettoyage physico-chimique des plaquettes, nous déposons, par évaporation sous vide, une couche d'accrochage d'aluminium d'environ 100 angströms suivie d'une couche de cuivre de quelques milliers d'angströms. De cette manière, l'adhérence du cuivre sur les substrats est bonne. La sous-couche d'aluminium n'apporte pas de perte notable en hyperfréquence.

La couche de cuivre ainsi obtenue est ensuite épaissie, par un procédé électrolytique, jusqu'à une épaisseur de 6 microns (épaisseur supérieure d'environ 5 à 6 fois l'épaisseur de peau aux fréquences de travail).

Le circuit à réaliser, agrandi à l'échelle 10, est dessiné sur papier ou sur mylar inactinique pelable (RUBYLITH), il est ensuite réduit par photographie au format désiré.

### 1 - 1 - 2 - Gravure

Les plaquettes métallisées, sont recouvertes au préalable d'une couche de résine photo sensible d'épaisseur 1 micron (résine positive Shipley A Z 1350 H). Elles sont ensuite insolées à travers le film. Après développement (A Z développer Shipley), le cuivre, non protégé par la résine, est attaqué par une solution d'acide nitrique dilué.

La gravure terminée, le circuit est nettoyé à l'acétone puis séché. Il est ensuite monté sur le support.

## 1 - 2 - Dimensions géométriques des lignes

### 1 - 2 - 1 - microruban (strip-line)

Les dimensions géométriques du ruban métallique sont calculées à partir des équations de WHEELER (3). L'impédance caractéristique du ruban (50 ohms) est identique à celle des circuits de mesures.

### 1 - 2 - 2 - ligne microfente (slot-line)

Nous avons déterminé la largeur de la fente à partir des abaques de COHN - MARIANI (4).

Pour adapter les impédances caractéristiques du microruban et de la ligne microfente, la valeur numérique de cette dernière est de  $75 \Omega$ , compte-tenu de la définition rappelée au chapitre I.

Nous avons vérifié expérimentalement que la valeur ainsi choisie donne une adaptation convenable.

Remarque sur la longueur des lignes microfentes.

Les dimensions des plaquettes d'alumine, permettent de réaliser aisément, une ligne de 32 mm de longueur.

Compte-tenu de la sensibilité et de la dynamique de l'appareillage de mesure, cette longueur de ligne donne une mesure valable pour des corps dont le facteur de perte est compris entre 0,04 et 0,4 environ.

Pour un facteur de perte supérieur à 0,4, nous diminuons de moitié la longueur de la ligne.

Par contre, pour un corps dont le facteur de perte est inférieur à 0,04, il est préférable de réaliser une ligne plus longue.

Les dimensions géométriques des plaquettes, nécessitent une configuration spéciale de la ligne (figure II-3). La distance entre deux tronçons adjacents de la ligne est suffisante pour éviter tout couplage parasite.

Il est important de remarquer que le volume de liquide nécessaire à la mesure est très faible, quelque soit la ligne utilisée.



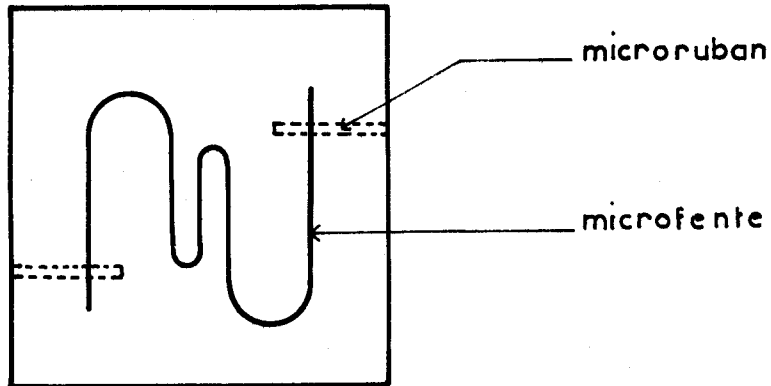


figure - II 3 -

1 - 3 - Transitions électriques

Pour permettre le raccordement des dispositifs à lignes microfentes aux appareils commerciaux, il a été nécessaire d'étudier le problème posé par les transitions.

La transition directe, "coaxiale-microfente", bien qu'étudiée et utilisée au laboratoire, (5) n'est pas adaptée à notre problème.

Nous préférons insérer deux transitions en cascade :

- transition "coaxiale-microruban"
- transition "microruban-microfente" (figure II-4)

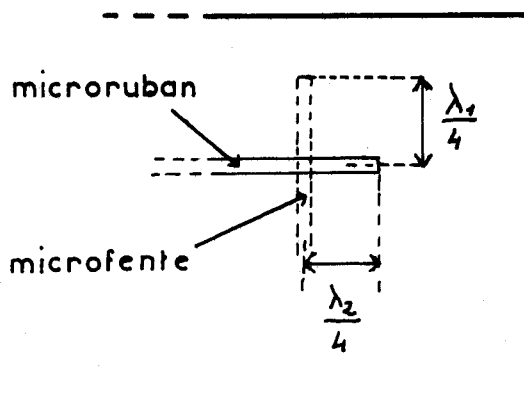


figure - II 4 -

La réalisation mécanique d'une transition "ligne coaxiale - microruban", est facilitée par l'utilisation de fiches spéciales. L'adaptation électrique est excellente. Nous avons utilisé dans notre montage, des fiches miniatures du type O S M 215 - 3. Ces fiches présentent un T.O.S. inférieur à 1,10 de 3 à 10 GHz.

La bande passante de l'ensemble "microruban-microfente" couvre une octave. Il est cependant nécessaire de bien adapter les impédances caractéristiques des deux lignes pour obtenir les meilleurs résultats.

Ce dispositif à, de plus, l'avantage de découpler mécaniquement la ligne microfente, des autres lignes ; ce qui facilite la mise en place du diélectrique à étudier.

## 2 - MESURES EN FONCTION DE LA TEMPERATURE

### 2 - 1 - Circulation du type "COLORA"

La cellule de mesure comporte une circulation intégrée dans le support métallique (figure II-1). Des raccords extérieurs permettant la connection à un ensemble du type "COLORA".

Nous pouvons ainsi faire varier la température de la cellule de  $- 30^{\circ}$  à  $+ 50^{\circ}$  C sans grande modification du circuit hyperfréquence. Toutefois, il faut éviter, avec ce montage, la formation de givre sur les fiches et sur les microrubans.

Dans la gamme de températures permises, nous avons utilisé deux dispositifs de refroidissement distincts.

### 2 - 2 - Mesures aux basses températures

Nous avons réalisé une enceinte en verre à double paroi (figure II-5). L'ensemble de mesure est placé à l'intérieur de celle-ci. Un câble coaxial semi-rigide assure la liaison hyperfréquence.

Un flux d'azote gazeux porté à température convenable permet le refroidissement de la cellule.

Un thermocouple placé près du diélectrique à étudier, mesure la température.

Cet ensemble, isolant la monture de l'extérieur, évite la formation de givre.

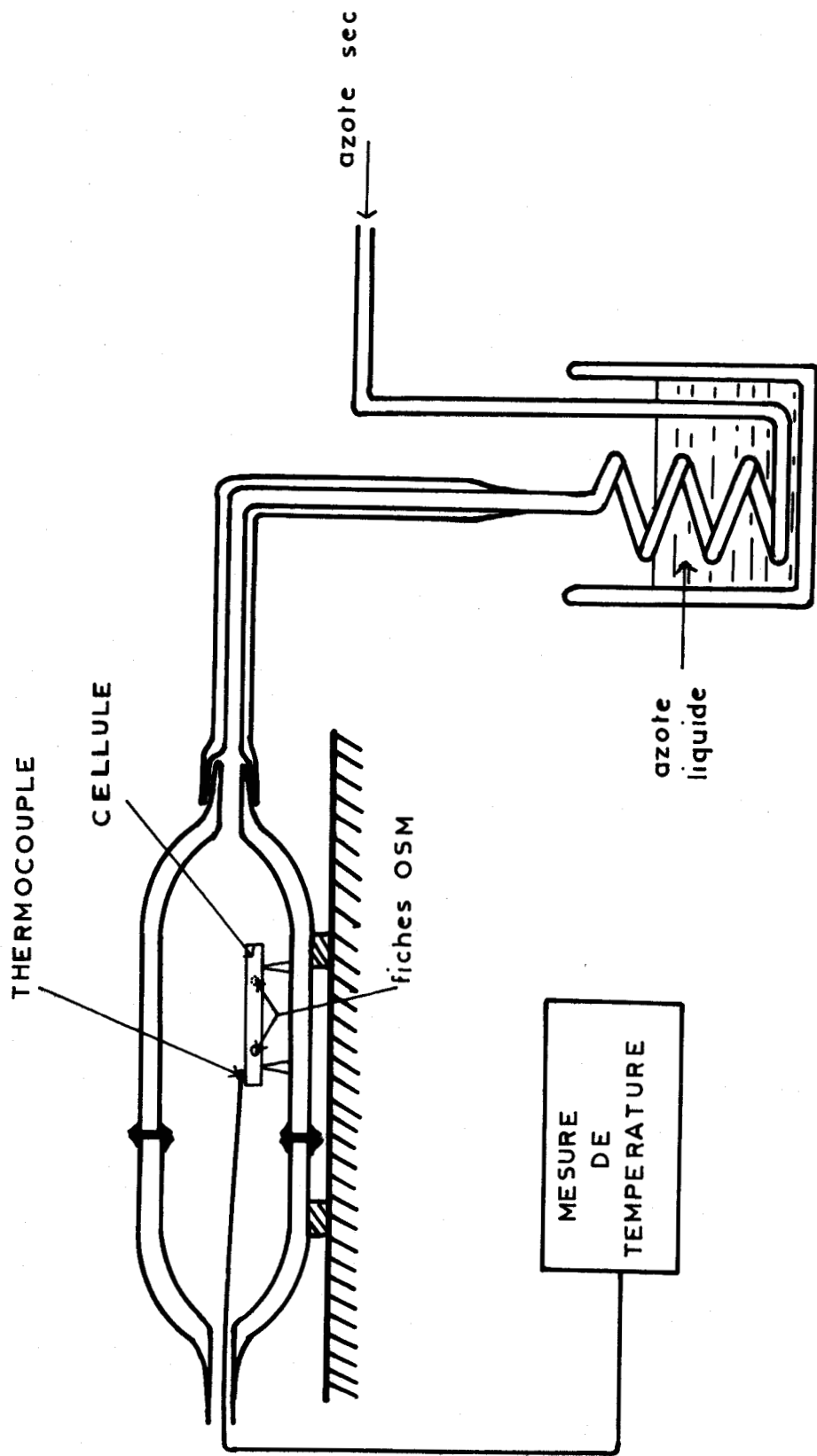


figure - II 5 -

2 - 3 - Appareil de mesure

L'appareil de mesure utilisé est l'analyseur de réseau HEWLETT PACKARD type 8410 A. Cet appareil donne directement, en module et en phase, le coefficient de transmission et de réflexion d'un réseau, dans une gamme de fréquence 0,5 - 12,4 GHz. (figure II-6)

Nous travaillons à fréquence fixe. Un voltmètre numérique donne, pour chaque point de mesures, une tension proportionnelle au module et à la phase du coefficient de transmission et de réflexion.

L'emploi d'un générateur wobulé permet d'obtenir un enregistrement de ces grandeurs sur table traçante, en fonction de la fréquence.

Les entrées de l'appareil se font sur fiches A P C 7, ce qui nécessite l'emploi de transitions A P C 7, fiches miniatures type O.S.M. Un câble coaxial semi rigide raccorde la cellule de mesure au pont.

L'ensemble des transitions, tant sur le pont que sur la cellule, amène des perturbations difficilement accessibles à la mesure et qui diminuent la précision espérée des résultats. (voir chapitre III).

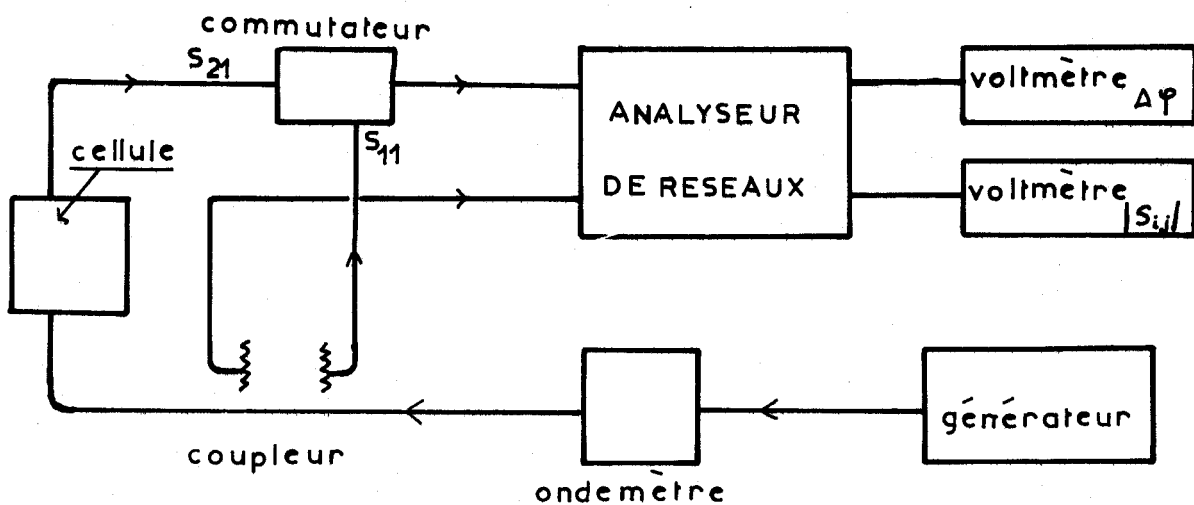


figure - II 6 -

CHAPITRE III

- RESULTATS EXPERIMENTAUX -

Ce chapitre a pour objet de présenter les résultats expérimentaux obtenus.

Nous décrivons d'abord comment déterminer les composantes de la permittivité complexe d'un liquide, à partir de mesures effectuées sur une ligne microfente, et comment à partir de ces mesures, atteindre certains paramètres caractéristiques du liquide.

Nous présentons et interprétons ensuite les mesures effectuées.

1 - DETERMINATION DE LA PERMITTIVITE

Nous avons rappelé, au chapitre I, une théorie relative à la propagation d'une onde électromagnétique dans une ligne microfente. La relation (I-8) donne la constante de propagation sur cette ligne.

$$\gamma^2 = \frac{k_0^2 + k_1^2}{2} \quad (\text{III-1})$$

$$\text{ou } k_n^2 + \omega^2 \epsilon_0 \mu_0 \epsilon_{rn}^* = 0 \quad (\text{III-2})$$

avec  $n = 0$  pour le milieu diélectrique d'indice 0  
et  $n = 1$  pour le milieu diélectrique d'indice 1

Pour l'appareillage utilisé, le substrat d'alumine, de permittivité  $\epsilon_1$ , représente le milieu d'indice 0; le milieu d'indice 1 est constitué par le diélectrique à mesurer, de permittivité  $\epsilon^* = \epsilon' - j \epsilon''$  (III-3).

L'expression du champ électrique dans la direction de propagation Oz s'écrit :

$$E = E_0 e^{-\gamma t} e^{j\omega t} \quad (\text{III-4})$$

avec  $\gamma = \alpha + j\beta$  (III-5)

$\alpha$  est le terme caractérisant l'atténuation

$\beta$  est le terme caractérisant la variation de phase

La détermination de  $\alpha$  et  $\beta$  suffit pour calculer ensuite  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$

### 1 - 1 - Mesure à vide

Dans ce cas, le milieu d'indice 1 est de l'air. L'atténuation  $\alpha$  est négligeable. La constante de propagation s'écrit :

$$\gamma_1^2 + \omega^2 \epsilon_0 \mu_0 \left\{ \frac{\epsilon_1 + 1}{2} \right\} = 0 \quad (\text{III-6})$$

$$\gamma_1 = j\beta_1 = j\omega \epsilon_0 \mu_0 \sqrt{\frac{\epsilon_1 + 1}{2}} \quad (\text{III-7})$$

### 1 - 2 - Mesure avec diélectrique

Le milieu 1 est maintenant constitué du diélectrique inconnu, de permittivité  $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$ . La constante de propagation s'écrit :

$$\gamma_2 = \alpha_2 + j\beta_2 = j\omega \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} \frac{\sqrt{\epsilon_1 + \epsilon^*}}{\sqrt{2}} \quad (\text{III-8})$$

Faisons apparaitre la relation (III-7) :

$$\gamma_2 = \alpha_2 + j\beta_2 = j\beta_1 \sqrt{\epsilon_{rf}^*} \quad (\text{III-9})$$

ou  $\epsilon_{rf}^*$  est la permittivité complexe fictive qui est égale à :

$$\epsilon_{rf}^* = \epsilon_f' - j\epsilon_f'' = \frac{\epsilon_1 + \epsilon^*}{\epsilon_1 + 1} \quad (\text{III-10})$$

### 1 - 3 - Principe de mesure

La longueur mécanique de la ligne microfente est déterminée par les dimensions géométriques du substrat, comme nous l'avons rappelé au chapitre II. Par contre, la longueur électrique n'est pas directement accessible à la mesure.

Pour lever l'indétermination de la longueur électrique de la ligne, nous faisons une mesure préliminaire sur un diélectrique sans perte, de permittivité connue, tel le tétrachlorure de carbone.

#### 1 - 3 - 1 - Mesure avec le tétrachlorure de carbone

Appelons  $\epsilon_{21}$  la permittivité du tétrachlorure de carbone.

L'équation (III-9) s'écrit :

$$\gamma_{21} \cdot l = j\beta_{21} \cdot l = j\beta_1 \cdot l \sqrt{\epsilon_{rf21}^*} \quad (\text{III-11})$$

ou :

$$\epsilon_{rf21}^* = \frac{\epsilon_1 + \epsilon_{21}}{\epsilon_1 + 1} \quad (\text{III-12})$$

Nous mesurons la variation de phase entre la cellule vide et la cellule remplie de tétrachlorure de carbone. Cette variation s'exprime à partir de (III-7) et (III-11) :

$$\Delta\phi_1 = \beta_1 l - \beta_{21} l$$

$$\Delta\phi_1 = \beta_1 l (1 - B_1) \quad (\text{III-13})$$

$$\text{ou : } B_1 = \sqrt{\epsilon_{rf21}^*} \quad (\text{III-14})$$

#### 1 - 3 - 2 - Mesure avec le diélectrique inconnu

La permittivité du matériau s'écrit :  $\epsilon_{22}^* = \epsilon'_{22} - j\epsilon''_{22}$  par analogie avec la relation (III-13), la variation de phase, dans ce cas, s'écrit :



$$\Delta\phi_2 = \beta_1 l \{1 - B_2\} \quad (\text{III-15})$$

avec :

$$B_2 = \epsilon_{rf22}^* = \frac{\epsilon_1 + \epsilon_{22}^*}{\epsilon_1 + 1} \quad (\text{III-16})$$

La constante de propagation s'écrit d'après (III-9) :

$$\gamma_{22} = \alpha_{22} + j\beta_{22} = j\beta_1 \sqrt{\epsilon_{rf22}^*} \quad (\text{III-17})$$

ou encore :

$$\frac{\alpha_{22}}{\beta_1} + j \frac{\beta_{22}}{\beta_1} = A_2 + j B_2 = j \sqrt{\epsilon_{rf22}^*} \quad (\text{III-18})$$

$$A + j B = j \sqrt{\epsilon'_{rf22} - j \epsilon''_{rf22}}$$

#### 1 - 4 - Détermination de $\epsilon'$ et $\epsilon''$ .

Nous mesurons l'atténuation  $\alpha_{22}l$  ainsi que les variations de phase  $\Delta\phi_1$  et  $\Delta\phi_2$  représentées respectivement par les relations (III-13) et (III-15).

De (III-18) et (III-13), nous calculons  $A_2$  :

$$A_2 = \frac{\alpha_{22}l}{\beta_1 l} = \frac{\alpha_{22}l}{\Delta\phi_1} (1 - B_1) \quad (\text{III-19})$$

d'autre part de (III-13) et (III-15) nous calculons  $B_2$  :

$$B_2 = 1 - \frac{\Delta\phi_2}{\Delta\phi_1} (1 - B_1) \quad (\text{III-20})$$

La détermination de  $\epsilon'_{rf22}$  et  $\epsilon''_{rf22}$  devient alors simple (6).

$$\begin{aligned}\epsilon'_{f_{22}} &= B_2^2 - A_2^2 \\ \epsilon''_{f_{22}} &= 2 A_2 B_2\end{aligned}$$

La relation (III-16) donne :

$$\epsilon'_{22} = \epsilon'_{f_{22}} (\epsilon_1 + 1) - \epsilon_1 \quad (\text{III-21})$$

$$\epsilon''_{22} = \epsilon''_{f_{22}} (\epsilon_1 + 1) \quad (\text{III-22})$$

## 2 - RESULTATS EXPERIMENTAUX

Nous mesurons, à l'aide de l'appareillage décrit précédemment, la permittivité de divers corps, entre 5 GHz et 11 GHz.

Certains de ces matériaux, déjà étudiés au laboratoire par des méthodes plus classiques, permettent, d'une part, un étalonnage de la cellule de mesure et d'autre part, de tester la validité de la méthode.

Les liquides choisis sont :

- le tétrachlorure de carbone
- le chlorobenzène
- le trichloro 1 1 1 éthane
- l'iodure de méthyle
- le chlorure de tertio-butyle

La constante diélectrique statique  $\epsilon_0$  de ces corps varie de 2,2 environ pour le tétrachlorure de carbone à 10 pour le chlorure de tertio-butyle.

### 2 - 1 - Présentation des résultats de mesures

Les pertes diélectriques des liquides choisis pour cette étude, sont relativement faibles ; ce qui permet d'utiliser dans la plupart des cas,

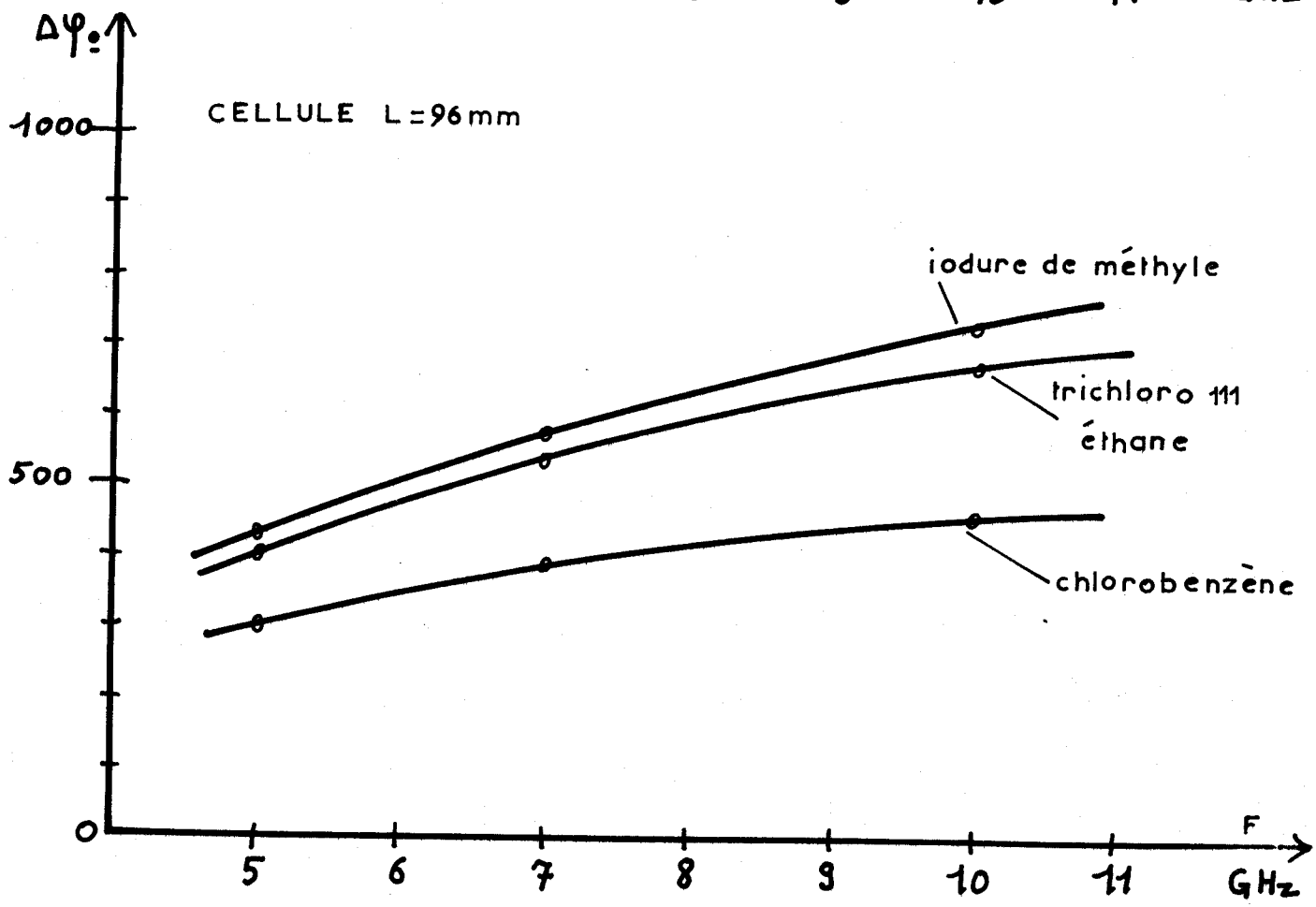
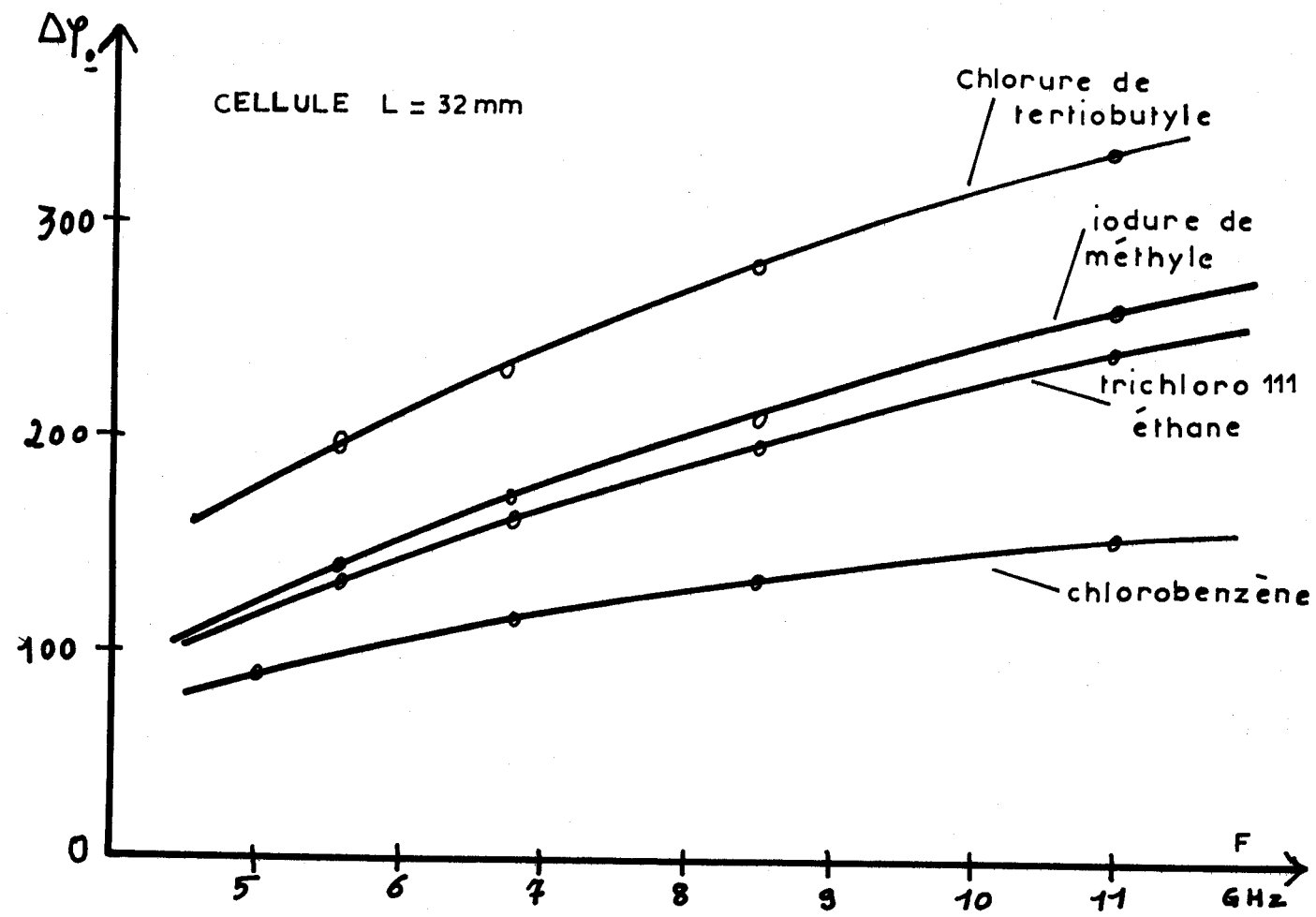


figure - III 1 -

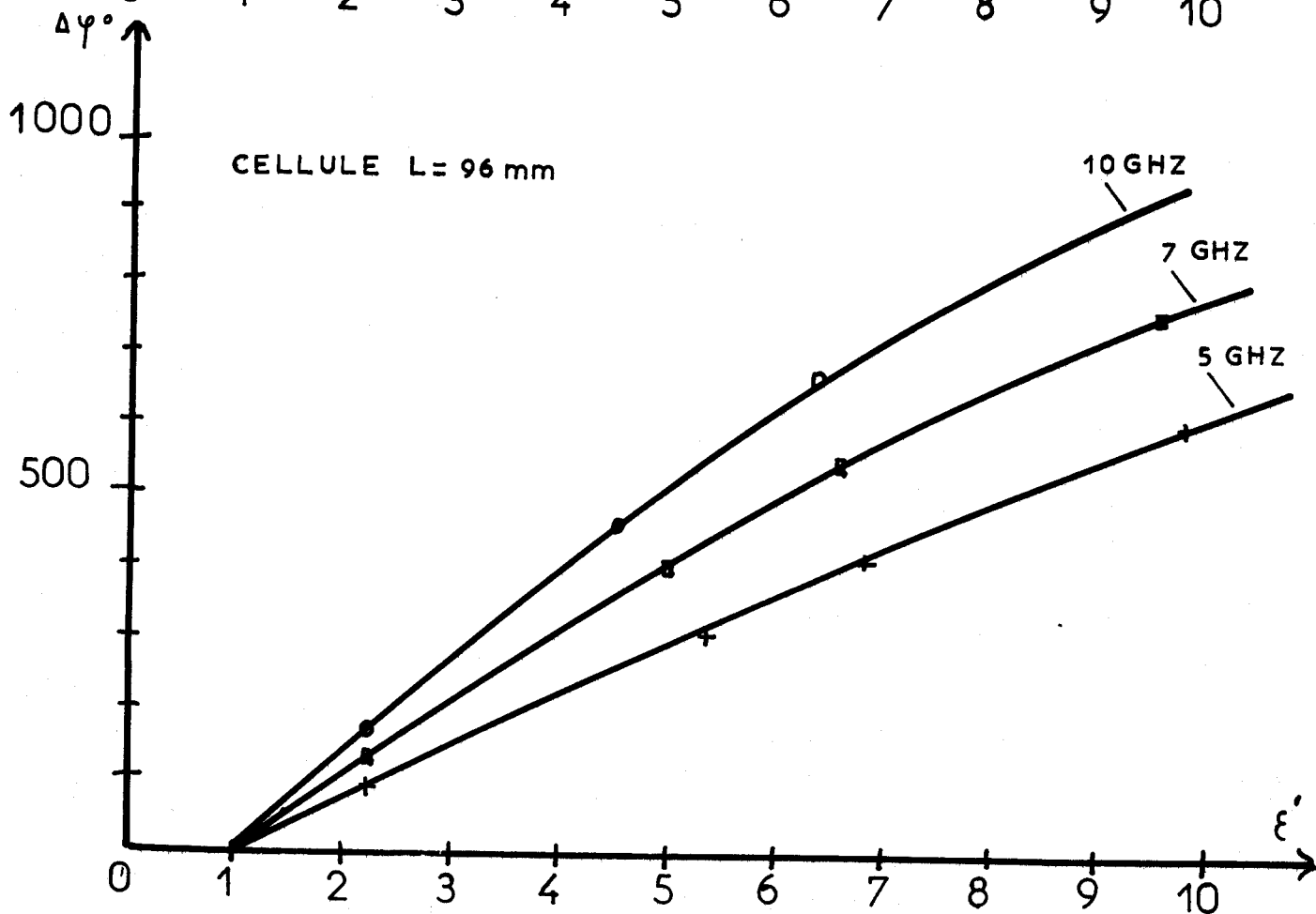
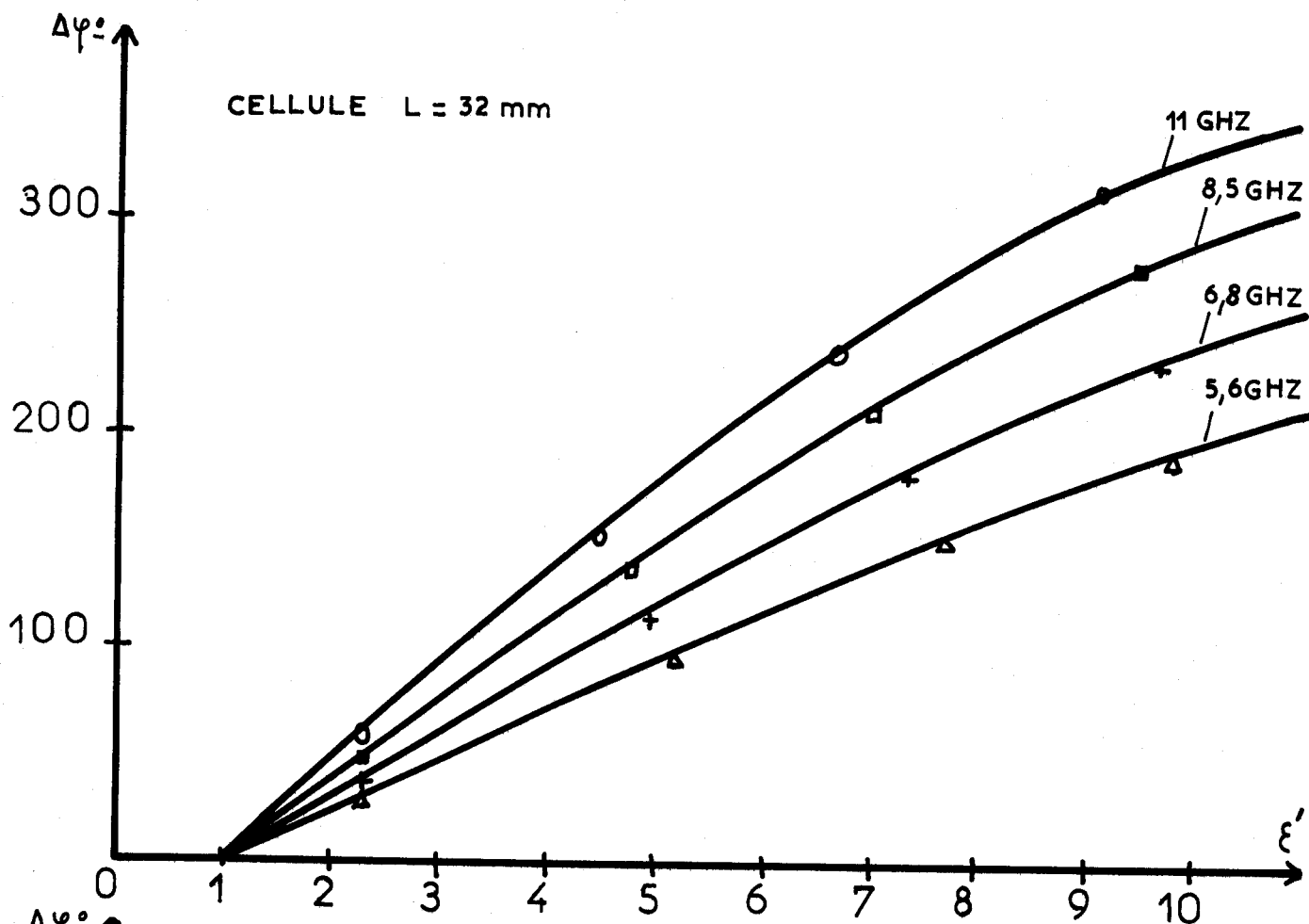


figure - III 2 -

une ligne de 96 mm de longueur afin d'obtenir la meilleure précision possible.

2 - 1 - 1 - Variation de phase du coefficient de transmission

La figure (III-1) présente les variations de la phase en fonction de la fréquence pour chacun des corps étudiés. La variation de phase dépend essentiellement de la partie réelle  $\epsilon'$  de la permittivité complexe, car les pertes sont faibles.

Il est dans ce cas possible d'établir un abaque, utilisable au laboratoire, qui donne directement  $\epsilon'$  en fonction de la variation de phase  $\Delta\phi$  (figure III-2), pour les fréquences comprises entre 5 et 11 GHz.

- Remarque sur l'influence du remplissage.

Nous avons vérifié expérimentalement que dans toutes nos mesures, le volume de liquide était suffisant pour rendre la variation de phase  $\Delta\phi$  indépendante du remplissage. Cette variation est particulièrement importante pour des mesures portant sur des matériaux disponibles en faible quantité (cas de certains cristaux liquides).

2 - 1 - 2 - Variation du module du coefficient de transmission

2 - 1 - 2 - 1 - Rappel

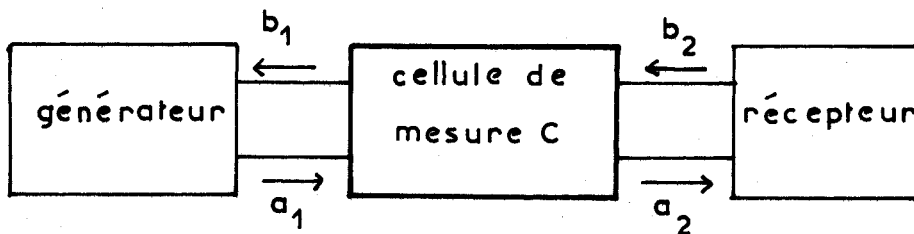


figure-III 3-

Si  $S_{ij}$  sont les paramètres de la matrice de transfert de la cellule C (8), la puissance dissipée globalement dans celle-ci s'écrit :

$$L_{DB} = 10 \log_{10} \frac{1}{|S_{12}|^2} \quad (III-23)$$

avec  $L_{DB} = L_P + L_T$

ou  $L_R$  représente les pertes dissipées par la réflexion sur l'entrée  
et  $L_T$  représente les pertes dissipées dans la cellule C.

Pour une propagation dans le sens 1 - 2  $L_R$  et  $L_T$  sont donnés par (7) :

$$L_R = 10 \log (1 - |S_{11}|^2) \quad (\text{III-24})$$

$$L_T = 10 \log \frac{|S_{12}|^2}{1 - |S_{11}|^2} \quad (\text{III-25})$$

#### 2 - 1 - 2 - 2 - Application à la mesure

L'atténuation propre ( $L_T$ ) de la ligne microfente, représente l'absorption du diélectrique. Cependant, il faut tenir compte des pertes à vide de la cellule.

##### 1 - Mesure à vide

Substituons dans la relation (III-25), les paramètres  $|S_{12}|_1$  et  $|S_{11}|_1$  mesurés avec la cellule vide.

L'atténuation propre de la ligne s'écrit :

$$A_1 = 10 \log |S_{12}|_1^2 - 10 \log (1 - |S_{11}|_1^2) \quad (\text{III-26})$$

##### 2 - Mesure avec diélectrique

Les mêmes mesures, avec la cellule remplie de diélectrique, donnent une atténuation  $A_2$  :

$$A_2 = 10 \log |S_{12}|_2^2 - 10 \log (1 - |S_{11}|_2^2) \quad (\text{III-27})$$

Des relations (III-26) et (III-27) nous tirons l'atténuation du diélectrique dans la cellule :

$$\alpha_{DB} = |A_2| - |A_1| \quad (\text{III-28})$$

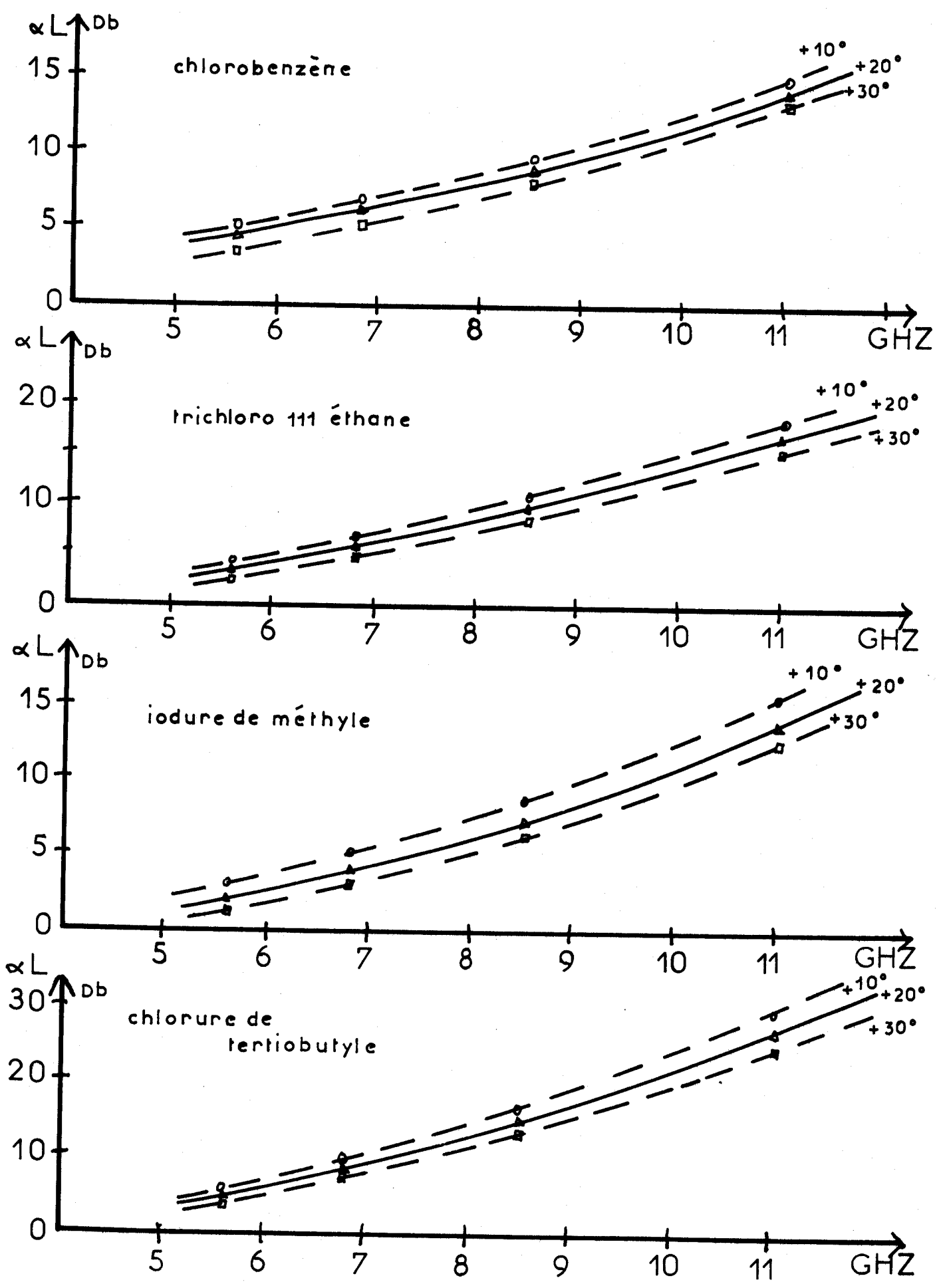


figure - III 4 -



Nous donnons figure (III-4) l'atténuation en fonction de la fréquence, mesurée à trois températures différentes 10, 20, 30°C, pour les liquides étudiés.

2 - 2 - Calcul de la permittivité complexe

A partir des résultats bruts de mesure (Figure III-2 et III-4), nous calculons les composantes  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  de la permittivité sur calculateur HEWLETT PACKARD type 9 100 B.

2 - 2 - 1 - Partie réelle  $\epsilon'$

TRICHLORO 111 ETHANE				CHLOROBENZENE		
F	$\epsilon'_{th}$	$\epsilon'_{exp}$	$\frac{\Delta\epsilon'}{\epsilon'} \%$	$\epsilon'_{th}$	$\epsilon'_{exp}$	$\frac{\Delta\epsilon'}{\epsilon'} \%$
5,6	6,71	6,78	1	5,26	5,22	0,8
6,8	6,62	6,69	1,1	5,10	5,04	1,2
8,5	6,49	6,55	0,9	4,86	4,76	2,1
11	6,30	6,33	0,5	4,52	4,38	3,2
IODURE DE METHYLENE				CHLORURE DE TERTIOBUTYLE		
F	$\epsilon'_{th}$	$\epsilon'_{exp}$	$\frac{\Delta\epsilon'}{\epsilon'} \%$	$\epsilon'_{th}$	$\epsilon'_{exp}$	$\frac{\Delta\epsilon'}{\epsilon'} \%$
5,6	6,84	7,01	2,4	9,76	9,80	0,4
6,8	6,80	6,97	2,4	9,66	9,68	0,2
8,5	6,72	6,90	2,6	9,49	9,47	0,2
11	6,58	6,74	2,4	9,14	9,10	0,4

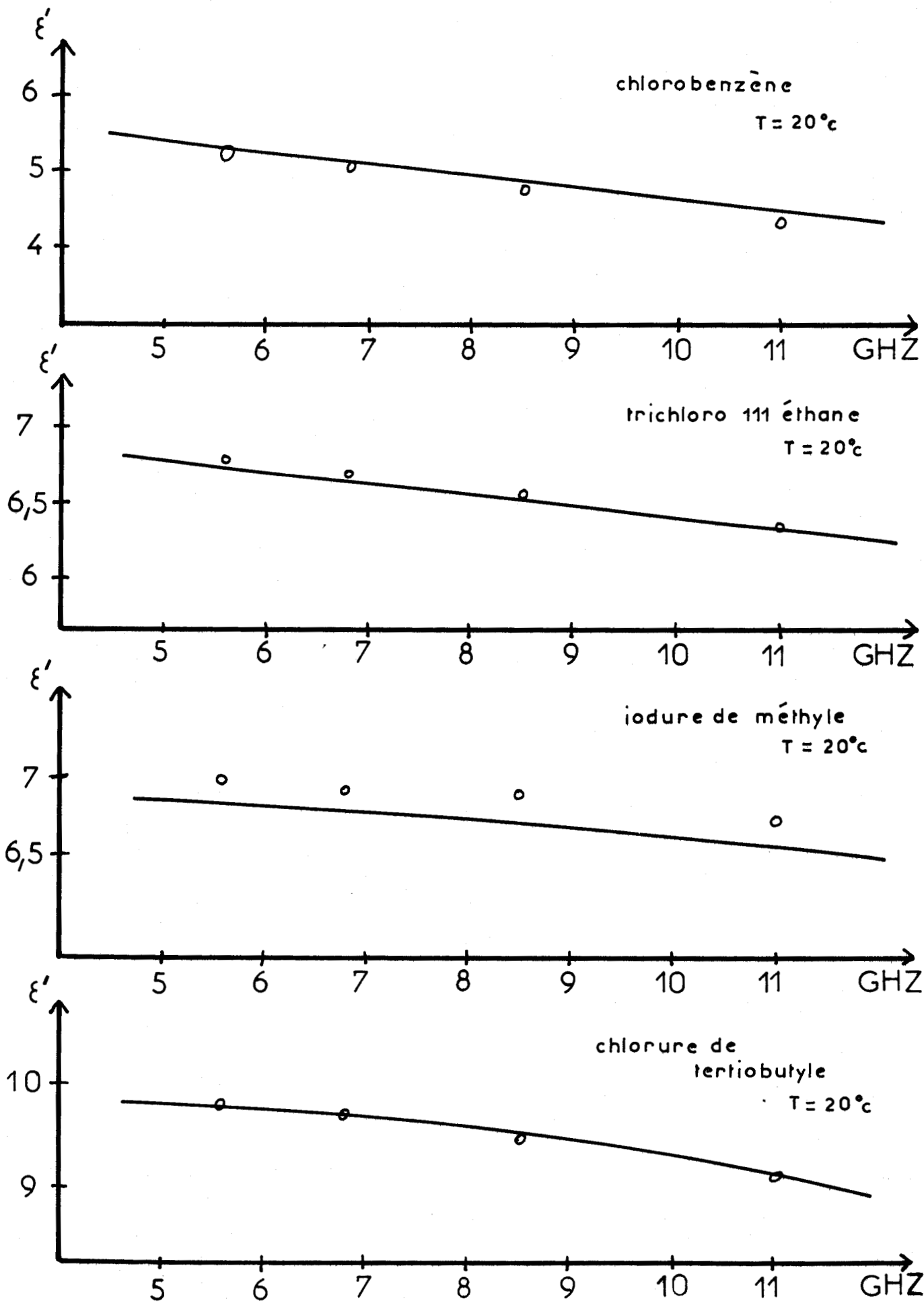


figure -III 5 -

Le tableau 1 et la figure (III-5) permettent une comparaison entre valeurs théoriques \* et expérimentales.

On constate que l'erreur relative reste inférieure à 3 % pour l'ensemble des mesures.

On peut attribuer ces erreurs, d'une part à la précision du pont de mesure, et d'autre part au fait que l'on considère une propagation du type T.E.M. sur la ligne, en appliquant la relation de GALEJS (III-1). Cette relation est d'autant mieux vérifiée que les permittivités des milieux 1 et 2 sont voisines. C'est le cas du chlorure de tertio-butyle dont la permittivité est voisine de celle de l'alumine ( $\epsilon' = 9,6$ ). L'erreur est alors inférieure à 0,5 %.

#### 2 - 2 - 2 - Partie imaginaire $\epsilon''$

Nous donnons tableau 2 et figure (III-6) les valeurs théoriques \* et expérimentales obtenues par calcul à partir des relations analytiques.

On constate un désaccord important entre les valeurs.

Il apparaît que les courbes expérimentales ont la même allure que les courbes théoriques mais sont translatées vers des valeurs plus élevées de  $\epsilon''$ .

Il semble que la mesure des pertes englobe une atténuation excédentaire, propre à la ligne de transmission et indépendante des caractéristiques du diélectrique.

---

\* Ces valeurs tirées des travaux de l'équipe "diélectriques" (9 - 10) sont en fait déterminées expérimentalement par des méthodes traditionnelles (réflectométrie, mesure de T.O.S. etc...).

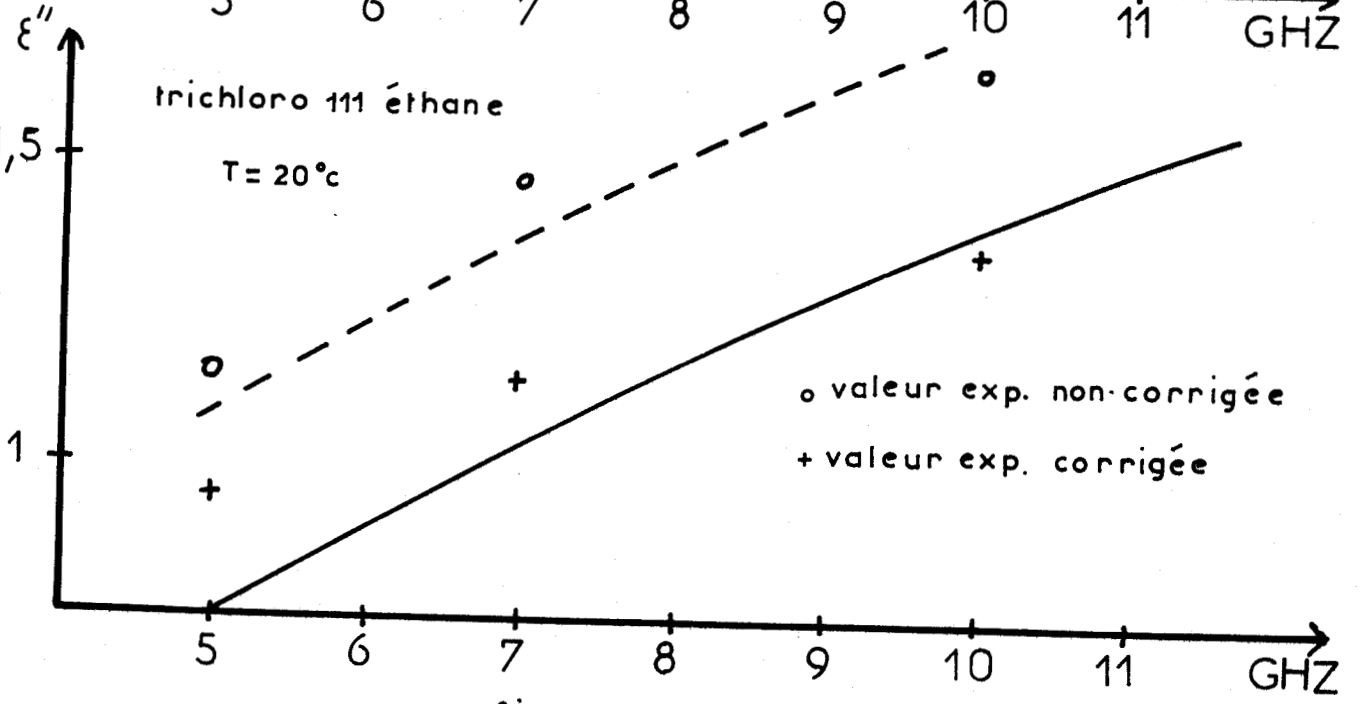
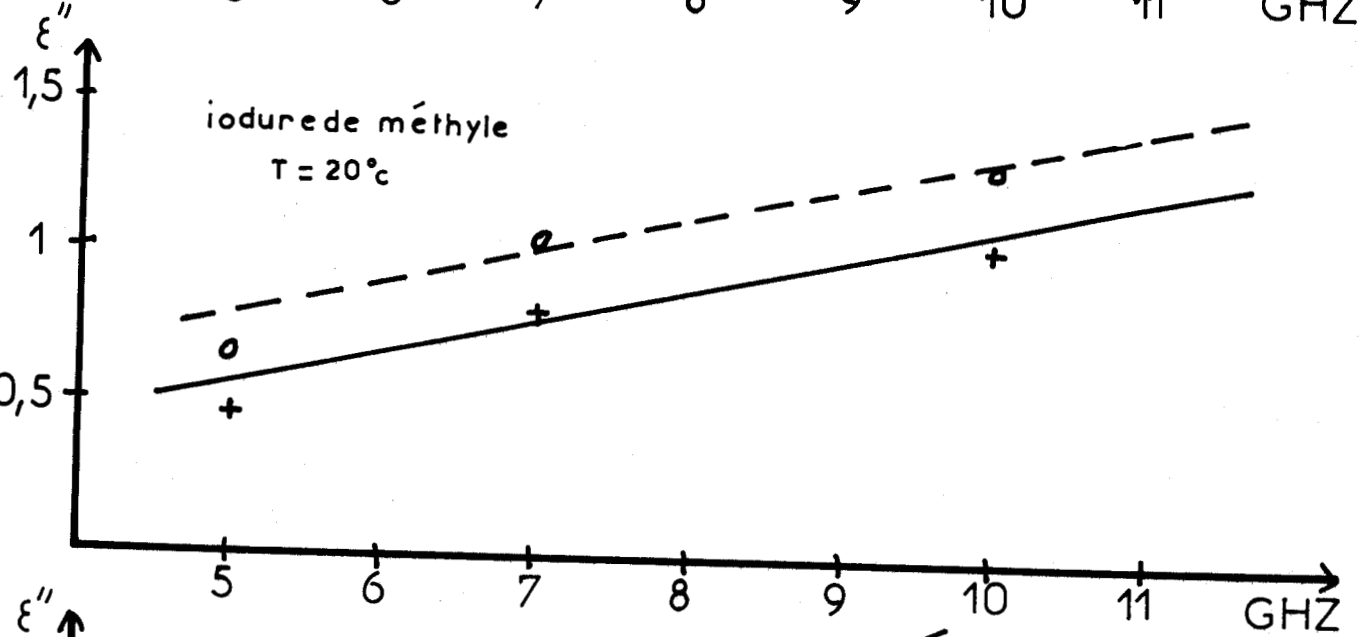
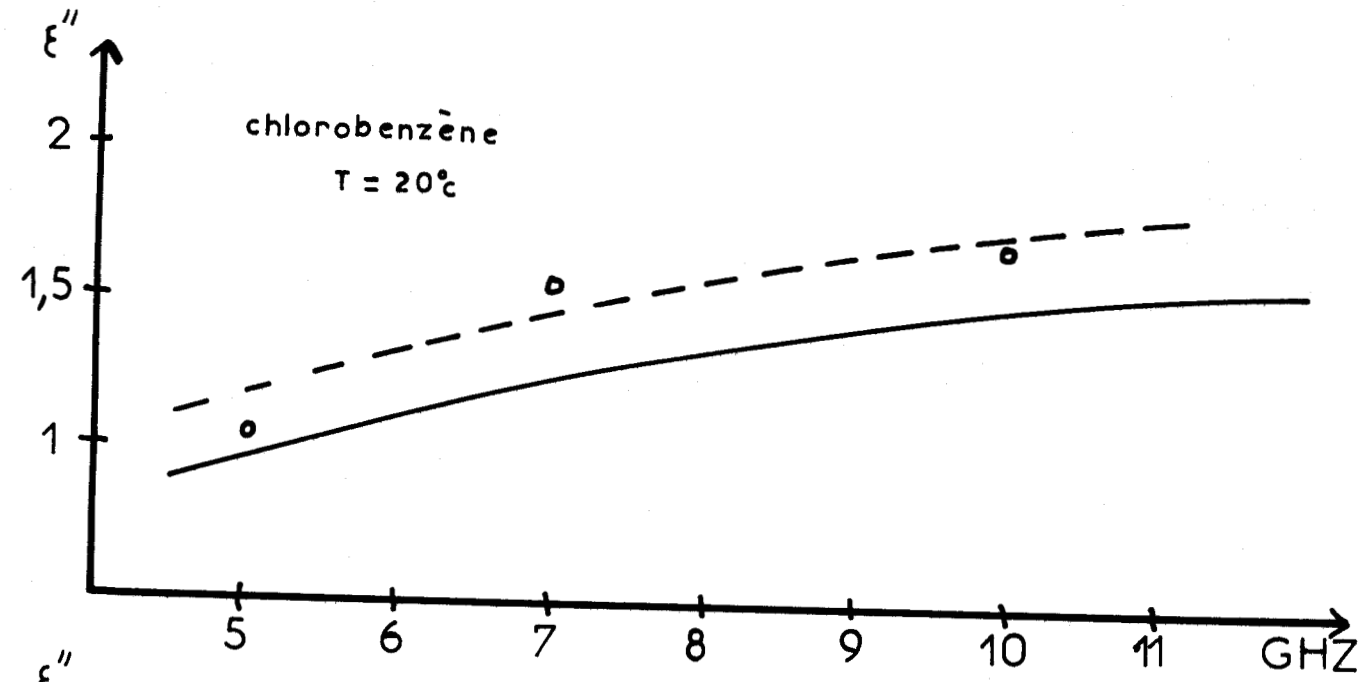


figure - III 6 -

F	$\epsilon''_{th}$	$\epsilon''_{exp}$
5	0,99	1,01
7	1,22	1,52
10	1,47	1,67

CHLOROBENZENE

TRICHLORO 111 ETHANE					IODURE DE METHYLE			
F	$\epsilon''_{th}$	$\epsilon''_{exp}$ non corrigé	$\epsilon''_{exp}$ corrigé	$\frac{\Delta\epsilon''}{\epsilon''} \%$ non corrigé	$\epsilon''_{th}$	$\epsilon''_{exp}$ non corrigé	$\epsilon''_{exp}$ corrigé	$\frac{\Delta\epsilon''}{\epsilon''} \%$ corrigé
5	0,75	1,24	0,95	21	0,57	0,74	0,46	24
7	1,03	1,45	1,18	13	0,77	1,07	0,80	4
10	1,40	1,63	1,36	2	1,06	1,30	1,03	3

TABLEAU 2

La présence du diélectrique entraîne la disparition de certains modes de propagation, et la modification du couplage entre les lignes.

Il en résulte une perte supplémentaire de puissance qui n'est pas directement accessible à la mesure.

Pour tourner cette difficulté, nous procédons à un étalonnage de la cellule à partir d'un matériau dont les pertes sont parfaitement connues. C'est le cas du chlorobenzène.

Cette méthode appliquée à l'iodure de méthyle et au trichloro 111 éthane donne des résultats acceptables sauf dans la partie basse de la gamme de fréquences.

### 2 - 3 - Conclusion

Ces résultats montrent que la méthode est valable, en particulier, elle permet d'obtenir  $\epsilon'$  avec une excellente précision.

Par ailleurs, à condition de prendre des précautions et avec un étalonnage préalable, les pertes sont également mesurables.

On peut alors envisager l'utilisation de ce type de cellule au laboratoire et nous donnons quelques exemples d'applications :

- Mesure du temps de relaxation
- Mesure de la concentration de chlorure de Sodium dans l'eau.

### 3 - MESURE DU TEMPS DE RELAXATION

#### 3 - 1 - Rappels

Les théories sur l'absorption dipolaire (9 - 11), donnent des expressions analytiques reliant les composantes de la permittivité complexe et la fonction de corrélation, en particulier :

$$\frac{\epsilon''}{\epsilon_0 - \epsilon_\infty} = \int_0^\infty \omega \cos \omega t \phi(t) dt \quad (\text{III-29})$$

ou  $\epsilon_0$  est la permittivité statique  
 $\epsilon_\infty$  est la permittivité aux fréquences très élevées  
 $\phi(t)$  est la fonction de corrélation

On peut remarquer que si  $\omega t \ll 1$ , la relation (III-29) devient, en posant :

$$\tau = \int_0^\infty \phi(t) dt$$
$$\epsilon'' = (\epsilon_0 - \epsilon_\infty) \omega \tau \quad (\text{III-30})$$

ou  $\tau$  est le temps de relaxation.

Pour une étude à basse fréquence, ( $\omega\tau \ll 1$ ),  $\epsilon''$  dépend linéairement de  $\omega$  ; on peut tracer  $\epsilon''$  en fonction de  $\omega$ , la pente  $\delta$  de la droite permet d'accéder au temps de relaxation  $\tau$  si  $\epsilon_0$  et  $\epsilon_\infty$  sont connus.

$$\delta = (\epsilon_0 - \epsilon_\infty) \tau \quad (\text{III-31})$$

De plus, si  $\tau$  est connu pour divers températures, on peut déterminer l'énergie d'activation. En effet d'après FROHLICH (15), on a :

$$\tau = \frac{\tau_0}{2} \exp \frac{\Delta H}{kT} \quad (\text{III-32})$$

$\Delta H$  est l'énergie d'activation

$k$  constante de Boltzman

$T$  température en °K

On voit que pour déterminer  $\Delta H$  ; il suffit de tracer  $\log \tau = f\left(\frac{1}{T}\right)$ , La pente de la droite ainsi obtenue a pour expression :  $\frac{\Delta H}{k}$

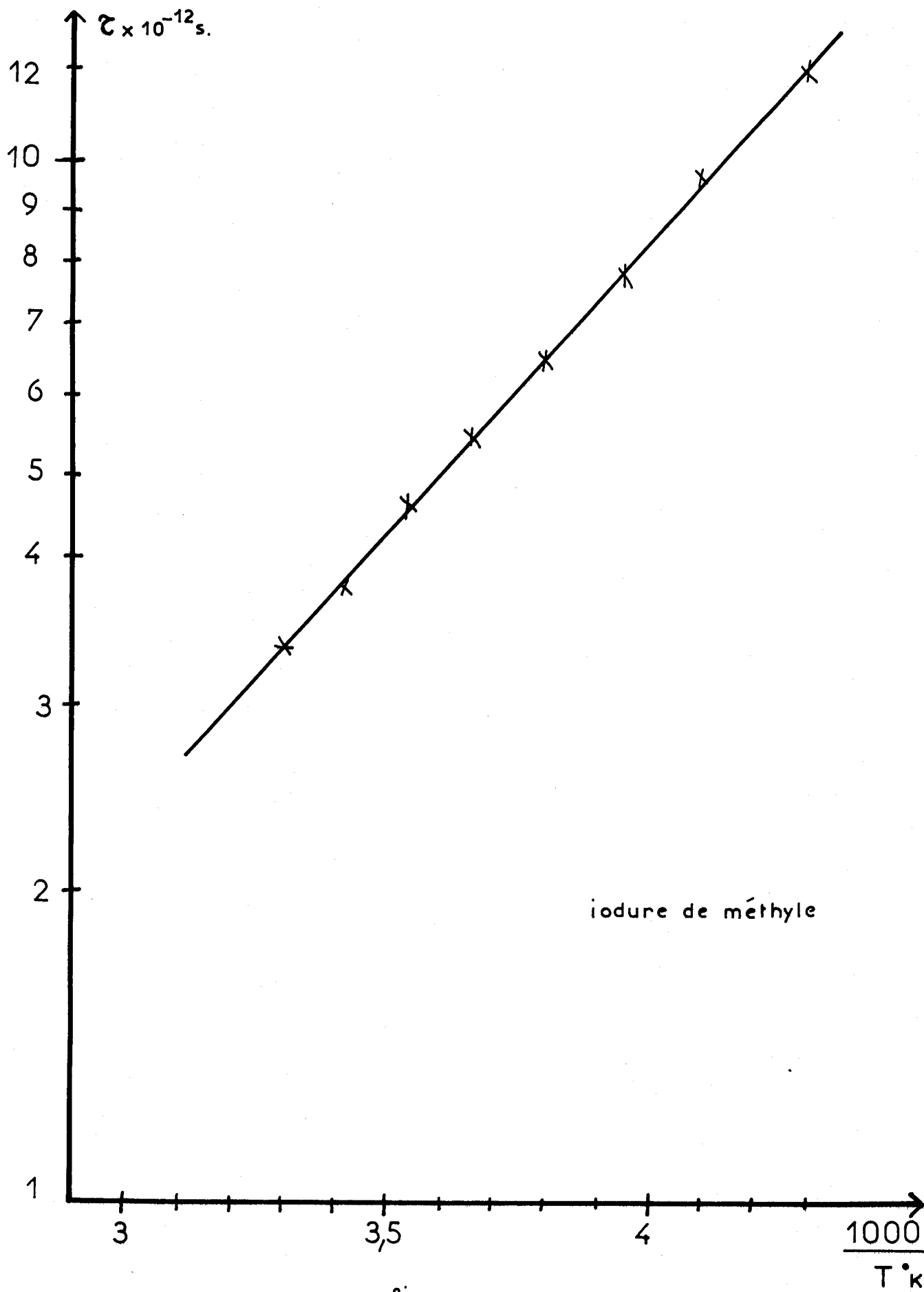
### 3 - 2 - Cas de l'iodure de Méthyle

La fréquence de relaxation de ce corps est 4 à 5 fois supérieure aux fréquences de mesures. L'inégalité  $\omega\tau \ll 1$  est satisfaite

Bien que les valeurs expérimentales de  $\epsilon''$  ne soient pas directement mesurables sans étalonnage préalable, nous avons remarqué figure (III-6) que la croissance en fonction de  $\omega$  est respectée.

Dans ces conditions, la mesure de la pente donne une valeur correcte du temps de relaxation.

T	+ 30°	+ 20°	+ 10°	0	- 10	- 20	- 30	- 40
$\tau_{\text{exp}} \times 10^{-12} \text{ s}$	3,4	3,8	4,8	5,4	6,5	7,8	10	12



iodure de méthyle

figure - III 7 -



Nous donnons figure (III-7) les variations de  $\text{Log } \tau$  en fonction de  $\frac{1}{T}$ . On constate que la loi linéaire est bien vérifiée dans toute la gamme de température explorée ( $-40^{\circ} + 30^{\circ}\text{C}$ ).

La pente de la droite  $\text{Log } \tau = f(\frac{1}{T})$  donne pour  $\Delta H$  :

$$\Delta H = 2.600 \text{ cal/Mole}$$

La valeur  $\Delta H$  ainsi obtenue est en bon accord avec les valeurs communément admises pour cette famille de liquides. Elle confirme les mesures effectuées par ailleurs au laboratoire sur l'iodure de méthyle.

#### 4 - DETERMINATION DE LA CONCENTRATION DE CHLORURE DE SODIUM DANS L'EAU

La permittivité de l'eau et de l'eau salée est très élevée, il en résulte à la fois des pertes, et une variation de phase importante par rapport à la cellule vide.

Par ailleurs, la très grande différence entre la permittivité des deux milieux, diélectrique et substrat d'alumine, introduit une désadaptation importante sur la ligne microfente, et un couplage microruban-microfente, fortement perturbé. Par conséquent, l'atténuation excédentaire constatée au chapitre précédent, est très grande.

Pour rester dans les limites du pont de mesures, il faut utiliser une ligne "courte" ( $l = 16 \text{ mm}$ ), en évitant toutefois un couplage direct dû à la proximité des lignes microruban.

Dans ces conditions de mesure difficile, il paraît illusoire d'obtenir une détermination exacte des composantes de la permittivité. Par contre nos résultats montrent que l'on peut suivre avec précision les variations de ces composantes soit en fonction de la fréquence, soit en fonction de la concentration en sel.

On donne figure (III-8) et (III-9) les variations de l'atténuation et de la phase.

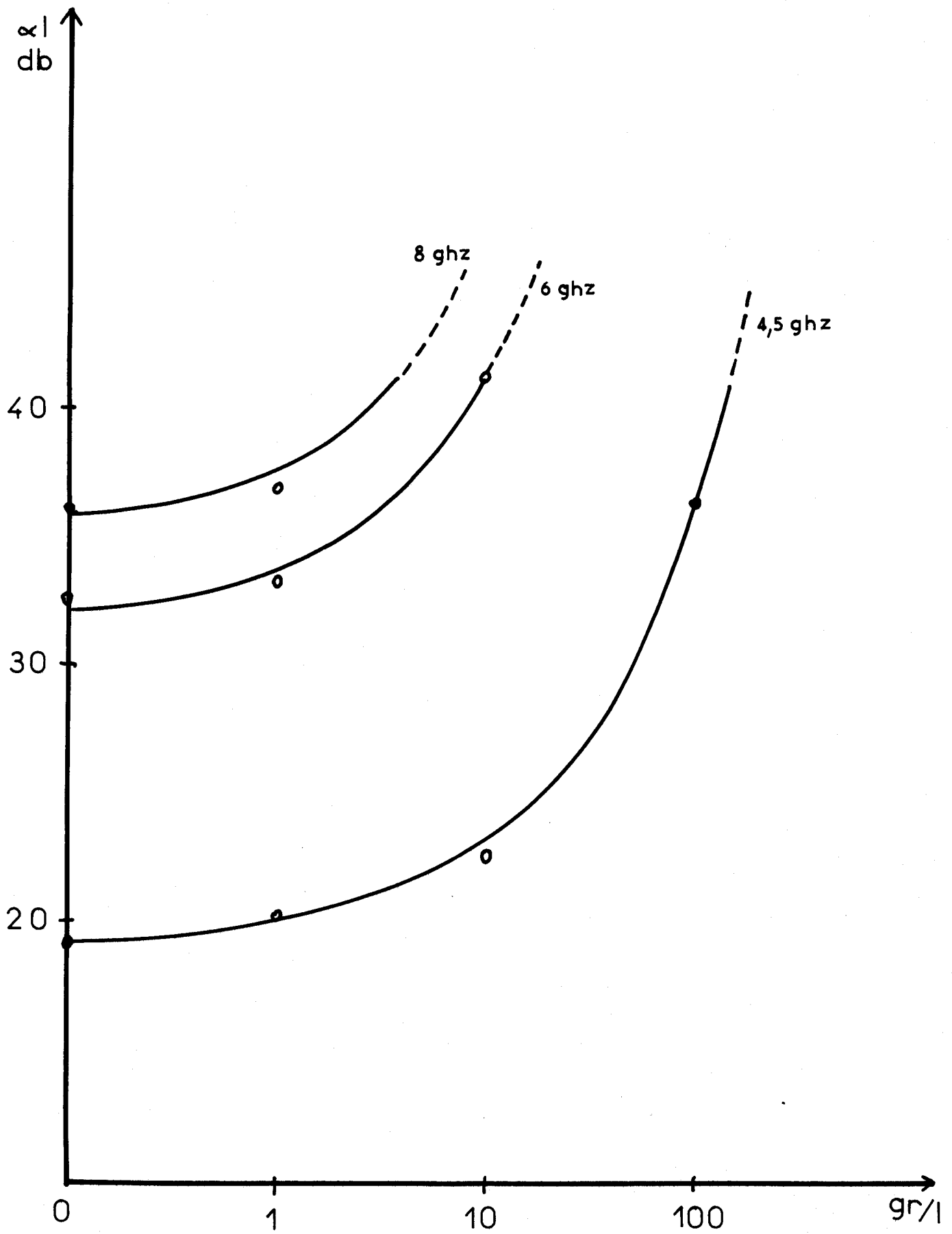


figure - III 8 -

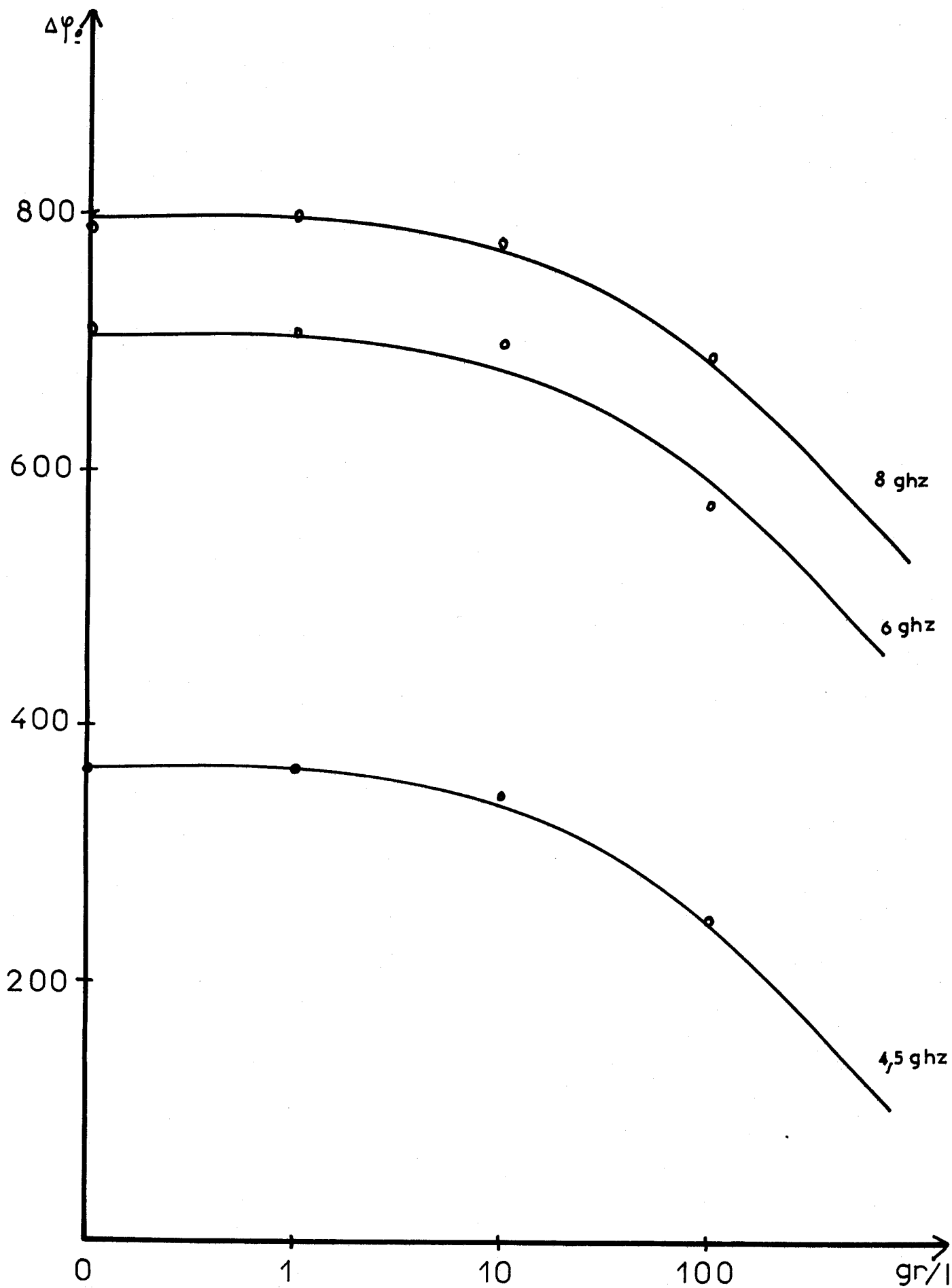


figure - III 9 -

En première approximation, les résultats expérimentaux donnent pour la cellule de 16 mm de longueur, une sensibilité en phase de  $1,2^\circ/\text{gr/l}$  et en atténuation de  $0,38 \text{ Db/gr/litre}$ .

Ces résultats confirment la possibilité d'utiliser la ligne microfente pour mesurer les caractéristiques d'un produit. On peut envisager l'emploi de cette méthode de mesure au contrôle continu des caractéristiques d'une substance, dans une chaîne de production industrielle.

Notons qu'une réalisation récente (14), utilisant une ligne "microstrip", permet de mesurer la partie réelle de la permittivité de liquides après étalonnage. Néanmoins, le volume de liquide nécessaire à la mesure reste plus important que pour la ligne microfente.

-----

## - C O N C L U S I O N -

---

L'objet essentiel de notre travail a été la mise en oeuvre d'une méthode de mesure rapide et précise des composantes de la permittivité complexe de diélectriques liquides en ondes centimétriques, en utilisant une ligne microfente.

L'analyse critique des théories existantes, relatives à la propagation sur des lignes microfentes, nous a permis de dégager une relation simple, s'adaptant au calcul de la permittivité des matériaux.

A partir de matériaux diélectriques de permittivité connue, nous avons testé les possibilités de la méthode.

Les résultats expérimentaux obtenus, ont montré une excellente précision sur  $\epsilon'$ . Par contre la détermination directe des pertes par une mesure absolue a présenté des difficultés, que nous avons surmontées par un étalonnage préliminaire de la cellule.

De nombreuses utilisations peuvent être alors envisagées. Nous avons illustré les possibilités de l'appareillage sur quelques exemples ; en particulier, pour des corps dont la fréquence critique est très grande par rapport aux fréquences de mesure (iodure de méthyle), nous avons déterminé directement le temps de relaxation en fonction de la température et ainsi nous avons pu calculer l'énergie d'activation de la molécule. Nous avons également testé la sensibilité de l'appareillage pour suivre les variations de la salinité de l'eau. Cette méthode de mesure peut s'appliquer à d'autres substances. Elle peut également s'introduire dans une chaîne de production industrielle et permettre de suivre en continu la constance des paramètres d'un produit.

*Ces applications ne traduisent que très partiellement toutes les possibilités de la méthode. En particulier, le petit volume de liquide nécessaire pour effectuer une mesure doit permettre dans un proche avenir, l'étude au laboratoire, de cristaux liquides et d'autres matériaux de l'électronique dans de très larges gammes de concentration, de température et de fréquences.*

-----

## B I B L I O G R A P H I E

- 1 - GALEJS  
"Excitation of slots in a Conducting Screen above a Lossy diélectrique half Space".  
I.R.E. Transactions on antennas and propagation,  
Vol. AP - 10, pp. 436 - 443, juillet 1962.
  
- 2 - S.B. COHN  
"Slot line on a diélectric Substrate".  
I.E.E.E. T.M.T.T. Vol. 17 n° 10, PP. 768 - 778, Octobre 1969.
  
- 3 - WHEELER  
"Transmission - line properties of parallel strip separated by a dielectric shett"  
I.E.E.E. T.M.T.T. vol 13, pp. 173 - 185, Mars 1965
  
- 4 - MARIANI - COHN - HEINZMAN - AGRIOS  
"Slot - line characteristics"  
I.E.E.E. T.M.T.T. Vol. 17 n°12, pp. 1091 - 1096, Décembre 1969
  
- 5 - TOUTAIN  
Thèse 3ème cycle, A paraître.
  
- 6 - LEBRUN  
Cours 3ème Cycle, 1961
  
- 7 - GINZTON  
"Microwave Measurements" Mc Graw-Hill Book C<sup>ie</sup> - 1957
  
- 8 - COLLIN  
"Field Theory of guided Waves".  
Mc Graw-Hill Book C<sup>ie</sup> - 1960
  
- 9 - R. FAUQUEMBERGUE  
"Contribution à l'étude des mécanismes d'absorption dans les liquides, simples ou associés, de l'infrarouge lointain aux fréquences Hertziennes".  
Thèse 3ème cycle - LILLE - 1968

- 10 - R. HURTREZ  
rapport IREL - LILLE - 1967
- 11 - Y. LEROY  
Thèse Doctorat - LILLE - 1967
- 12 - S.B. COHN  
"Sandwich slot-line"  
I.E.E.E. T.M.T.T. Septembre 1971
- 13 - CITERNE  
Thèse Doctorat à paraître
- 14 - KENT  
"Rapid method suitable for liquids and powders for determination  
of relative permittivities in the microwave region".  
Electronics letters - Vol. 9 n°2, pp. 39 - 40, janvier 1973
- 15 - FROHLICH  
"Theory of dielectrics"  
Clarendon Press Oxford, 1949.
- 16 - JEFFREY - KNORR - SAENZ  
"End Effect in a shorted slot"  
I.E.E.E. T.M.T.T., pp. 579 - 580, septembre 1973
- 17 - KITAZAWA, FUJIKI, HAYASHI, SUZUKI  
"Slot-line with Thick Metal Coating"  
I.E.E.E. T.M.T.T., pp. 580 - 582, septembre 1973
- 18 - ITOH MITTRA  
"Dispersion characteristics of slot-lines"  
Electronics Letters, Vol. 7 n°13, juillet 1971.



## TABLE DES MATIERES

---

### INTRODUCTION

#### CHAPITRE I

#### Rappels théoriques

=====

1 - Définition de la ligne microfente .....	1
2 - Théorie de Galejs .....	1
3 - Théorie de Cohn .....	4
3 - 1 - Calcul de l'admittance totale dans le plan de l'iris .....	5
3 - 1 - 1 - admittance vue vers le diélectrique d'épaisseur $d$ ( $z > 0$ )	
3 - 1 - 2 - admittance vue vers l'air ( $z < 0$ )	
3 - 2 - Extension à deux diélectriques $\epsilon_{r1}$ , $\epsilon_{r2}$ ..	7
3 - 3 - Impédance caractéristique .....	8
4 - Conclusion .....	9

#### CHAPITRE II

#### Dispositifs expérimentaux

=====

1 - Description de la cellule .....	10
1 - 1 - Réalisation technologique du circuit .....	10
1 - 1 - 1 - métallisation	
1 - 1 - 2 - gravure	
1 - 2 - Dimensions géométriques des lignes .....	12
1 - 2 - 1 - ligne microruban	
1 - 2 - 2 - ligne microfente	
1 - 3 - Transitions électriques .....	13
2 - Mesures en fonction de la température .....	14
2 - 1 - Circulation type "Colora"	
2 - 2 - Mesure aux basses températures	
3 - Appareil de mesure .....	15

1 - Détermination de la permittivité .....	16
1 - 1 - Mesure à vide .....	17
1 - 2 - Mesure avec diélectrique .....	17
1 - 3 - Principe de mesure .....	18
1 - 3 - 1 - Mesure avec le tétrachlorure de carbone	
1 - 3 - 2 - Mesure avec le diélectrique inconnu	
2 - Résultats expérimentaux .....	19
2 - 1 - présentation des résultats .....	20
2 - 1 - 1 - variation de phase du coefficient de transmission	
2 - 1 - 2 - variation du module du coefficient de transmission	
2 - 1 - 2 - 1 - rappel	
2 - 1 - 2 - 2 - application à la mesure	
2 - 2 - Calcul de la permittivité complexe .....	23
2 - 2 - 1 - partie réelle $\epsilon'$	
2 - 2 - 2 - partie imaginaire $\epsilon''$	
2 - 3 - Conclusion	
3 - Mesure du temps de relaxation .....	26
3 - 1 - rappels	
3 - 2 - cas de l'iodure de Méthyle	
4 - Détermination de la concentration de chlorure de sodium dans l'eau .....	28

CONCLUSION