

Republique Algerienne Democratique Et Populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ferhat Abbas - Sétif -1-
Faculté De Technologie
Département D'électronique
Laboratoire d'Instrumentation Scientifique "LIS"

Thèse intitulée :

**Caractérisation diélectrique d'un mélange de Titanate et d'oxyde
(Résine époxyde, BaTiO₃, Cu₂O) fritté en fonction de la fréquence**

Présentée par :

M^r BAKHTI HADDI

Soutenu Le 01 Mars 2018

Pour l'obtention du diplôme de doctorat en sciences

Devant le jury composé de :

Président:	Pr. Hassam Abdelouhabe	Professeur	U.F.A. Sétif 1
Encadreur:	Pr. Bouzit Nacerdine	Professeur	U.F.A. Sétif 1
Examineur:	Pr. Hocini Abdesselam	Professeur	U.M.B. M'sila
Examineur:	Dr. Khedrouche Djamel	MCA	U.M.B. M'sila
Invité:	Pr. Bourouba Nacerdine	Professeur	U.F.A. Sétif 1

Promotion : 2017/2018

Remerciements

Je tiens à remercier très vivement mon directeur de thèse monsieur Nacerdine BOUZIT, Professeur au département d'Electronique à l'université Ferhat Abbas de Sétif-1, je le remercie de m'avoir toujours aidé, pour toute la confiance qu'il m'a portée, pour sa grande disponibilité inconditionnelle, de ses conseils pertinents et ses encouragements. Ses nombreuses idées furent un soutien très précieux donnant le fruit de ce travail.

J'adresse également mes remerciements à Juan Pablo Martínez Jéminez, Professeur et directeur du laboratoire de caractérisation électromagnétique à l'université de SARAGOSSE en Espagne, de sa précieuse aide, conseils et orientations, qu'il trouve ici, l'expression de mon grand respect et toute ma reconnaissance.

Mes remerciements vont aussi à monsieur le Professeur Nacerdine BOUROUBA, Professeur au département d'Electronique à l'université Ferhat Abbas de Sétif-1, Qui m'a poussé pour concrétiser ce travail, je le remercie pour son soutien, sa grande disponibilité, sa patience et sa rigueur.

J'exprime ma grande gratitude à monsieur, Abdelouhab HASSAM Professeur au département d'Electronique à l'université Ferhat Abbas de Sétif-1, pour l'honneur qu'il m'a fait d'avoir accepté de présider le jury de cette thèse. Je le remercie vivement pour sa lecture attentive de mon manuscrit et pour l'intérêt à l'égard de mon travail.

Je remercie également les membres du jury pour la caution qu'ils ont bien voulu apporter à ce travail. J'adresse mes remerciements et m'a gratitude aux examinateurs :

- Monsieur Abdelssalem HOCINI, Professeur à l'université Mohamed BOUDIAF de M'sila, de m'avoir honoré en acceptant d'être examinateur de ce travail.
- Monsieur Djamel KHADROUCHE, maitre de conférences à l'université Mohamed BOUDIAF de M'sila d'être membre de jury de cette thèse.

Mes vifs remerciements vont aussi aux membres du laboratoire (LIS) à l'université Ferhat Abbas de Sétif-1, pour leurs aides inconditionnels et leurs disponibilités durant la phase d'élaboration de nos échantillons. Je tiens à remercier, par ailleurs, monsieur le docteur BENTOUMI miloud, maitre de conférences au département d'électronique à l'université Mohamed Boudiaf de M'sila, pour son grand aide jusqu'à la finalisation de ce travail. Je remercie aussi Le Professeur Djamel CHIKOUCHE pour ses encouragements et ses conseils pertinents. Sans oublier, de remercier chaleureusement tous mes collègues de l'université Mohamed BOUDIAF de M'sila, mon ami Djamel LADGHAM CHIKOUCHE de son soutien moral, les membres de ma famille grand et petit commençant par ma chère mère et mon cher père que dieu les protège, mes frères et sœurs, ma femme et mes filles et fils, tous mes amis qui ont contribué de près ou de loin à la concrétisation de ce travail.

Dédicace

À mes très chers parents,

À ma femme,

À mes filles Hadil et Nada et à mon fils A/Haq

À mes sœurs et mes frères,

À toute la famille,

À tous les amis

Qui m'ont apporté affection et soutien lors de la réalisation de ce travail.

Haddi BAKATI

Table des matières

Introduction générale

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

Chapitre I : Les matériaux en électronique

1. Introduction	6
2. Matériaux diélectriques	7
2.1. Dipôle électrique	7
2.2. La polarisation diélectrique	8
2.3. Champ électrique local.....	9
2.4. Mécanismes de la polarisation diélectrique	10
2.4.1. La polarisation électronique.....	10
2.4.2. La polarisation ionique (ou moléculaire).....	11
2.4.3. Polarisation dipolaire (ou d'orientation)	11
2.4.4. Polarisation hétérogène (ou inter-faciale)	11
2.5. Susceptibilité diélectrique	12
2.6. Relation permittivité-susceptibilité diélectrique.....	12
2.7. Relation de Clausius-Mossotti.....	13
2.8. Comportement dynamique de la polarisation dipolaire	13
2.8.1. Modèle de Debye.....	13
2.8.2. Pertes diélectriques	16
2.8.3. Phénomène de dispersion diélectrique	17
2.8.4. Conductivité	18
3. La modélisation fréquentielle de la permittivité	18
4. Réponse en fréquence des différents mécanismes de polarisation	18
4.1. Permittivité diélectrique complexe	19
4.1.1 Aux basses fréquences ($f < 10$ kHz).....	20
4.1.2. Dans la gamme des radiofréquences (100 kHz $< f < 10$ MHz).....	20
4.1.3. Aux fréquences supérieures à 1 GHz	21
4.1.4. Ferroélectricité	22
5. Conclusion	25

Chapitre II : Propriétés diélectriques de la matière et lois de mélanges

1. Introduction.....	26
2. Etude Cristallographique.....	26
2.1. Rappels structuraux et cristallographie géométrique.....	26
2.2. Matériaux ferroélectriques	26
2.2.1. <i>Aspects cristallographiques de la ferroélectricité</i>	26
2.3. Applications des matériaux ferroélectriques.....	30
2.3.1. <i>Etude Cristallographique du BaTiO₃</i>	31
2.3. L'oxyde de cuivre (Cuprite)	31
2.3.1. <i>Structure cristallographique du Cu₂O</i>	32
2.3.2. <i>Structure électronique</i>	33
2.4. Les résines époxydes.....	34
2.4.1. <i>Composition</i>	34
2.4.2. <i>Types de résines</i>	34
2.4.3. <i>Mise en œuvre</i>	35
3. Lois de mélanges	36
3.1. Le mélange.....	36
3.2. Aspects du mélange.....	37
3.3. Mécanismes de mélange.....	38
3.2.1. <i>Mélange par diffusion</i>	38
3.2.2. <i>Mélange par convection</i>	38
3.2.3. <i>Mélange par cisaillement</i>	38
3.4. Matériau hétérogène	39
3.4.1. <i>Mélanges du premier type</i>	39
3.4.2. <i>Mélange du deuxième type</i>	39
3.5. Lois de mélanges	39
3.5.2. <i>Le modèle de Böttcher</i>	40
3.5.3. <i>Modèle de Berentsveig</i>	40
3.5.4. <i>La loi de Wiener</i>	41
3.5.5. <i>Modèle de Lichtenecker-Rother</i>	41
3.5.6. <i>La méthode de l'index de réfraction complexe</i>	42
3.5.7. <i>Le modèle de Bruggeman-Hanai</i>	42
3.5.8. <i>Modèle de Looyenga</i>	43
3.5.9. <i>Loi de Maxwell-Garnett</i>	44

3.5.10. Loi de de Bottreau.....	44
4. Conclusion	45

Chapitre III : Ondes électromagnétiques et propagation guidée

1. Introduction.....	46
2. Rappels d'électromagnétisme.....	46
2.1. Loi de Coulomb [18,40,51,65]	46
2.2. Champ et induction électrique.....	46
2.3. Champ et induction magnétique	46
2.4. Conservation de l'électricité.....	47
3. Ondes électromagnétiques.....	47
3.1. Champ électrique	48
3.2. Champ magnétique	48
3.3. Spectre électromagnétique	48
3.4. Equations de Maxwell.....	50
3.5. Conditions aux limites	51
3.6. Conducteurs et diélectriques	51
3.3.1. Milieux conducteurs	51
3.3.2. Milieux diélectriques	52
4. Propagation guidée	52
4.1. Guides d'onde.....	52
4.2. Classification des modes de propagation	54
4.3. Diagramme de dispersion.....	54
4.4. Bandes de fréquences, modes dominants, modes supérieurs	55
4.5. Impédance d'onde.....	55
4.6. Etude du guide d'onde rectangulaire	57
4.6.1. Guide d'onde rectangulaire	57
4.6.2. Etude des modes transverses magnétiques (TM).....	58
4.6.3. Etude des modes transverses électriques (TE)	60
4.6.4. Ondes stationnaires	60
5. Conclusion.....	63

Chapitre IV :

Protocole expérimental

1. Introduction	64
2. Systèmes de mesure en hautes fréquences	64
2.1. Mesures en hautes fréquences	65
2.2. Cellules de mesures	68
2.2.1. Tronçon de ligne	68
2.2.2. Cellules porte-échantillon	68
3. Mesure à fréquence fixe	68
3.1. Méthode utilisée	68
3.2. Description du dispositif de mesure	69
3.2.1. Générateur hyperfréquence	69
3.2.2. La ligne de mesure	69
3.2.3. Le détecteur	70
3.3. Détermination de la permittivité complexe	71
3.3.1. Etude théorique	71
3.3.2. Expérimentale	71
4. Réflectométrie dans domaine temporel (TDR)	80
4.1. Principe	80
4.2. Méthodes expérimentales utilisées en TDR	81
4.2.1. Méthode de la première réflexion	81
4.2.2. Les méthodes des réflexions multiples	83
4.2.3. La méthode de la ligne court-circuitée	85
4.2.4. La méthode de la ligne ouverte	88
4.2.5. La méthode de la ligne adaptée	90
4.3. Mesure en large bande en utilisant le TDR	93
4.3.1. Le banc de réflectométrie temporelle (TDR)	93
5. Mode de préparation des matériaux composites	94
5.1. Matériaux utilisés	94
5.2. Incidence de l'erreur de pesée sur les fractions volumiques	96
5.2.1. Elaboration des matériaux composites à matrice de résine	97
5.3. Mode de préparation	97
5.4. Le frittage	99
5.4.1. Caractéristique technique du four	99

5.4.2. <i>Caractéristiques température temps du four réel utilisé</i>	100
5.4.3. <i>Cycles de frittage des séries d'échantillons</i>	101
5.4.4. <i>Mesure de la densité des échantillons</i>	101
5.5. Usinage des échantillons	103
6. Conclusion	104

Chapitre V : Résultats et discussions

1. Introduction	105
2. Analyse spectrale	105
2.1. Comportement de la permittivité du composite	105
2.2. Comportement de la conductivité du composite	107
2.3. Comportement spectrale du module électrique	108
3. Analyse basse fréquence	111
3.1 Modélisation de la permittivité du composite	111
3.2. Comportement du facteur de forme en fonction de la température	116
3.3. Etude de la conductivité statique du composite.....	120
3.4. Effet de la température de frittage	121
4. Conclusion	123

Conclusion générale

Conclusion générale	124
----------------------------------	------------

Référence bibliographique

Référence bibliographique	125
--	------------

Listes des Figures

Chapitre I : Les matériaux en électronique

Figure (I.1). Dipôle électrique.....	8
Pour mettre en évidence le phénomène de polarisation, il suffit de réaliser une expérience simple sur un condensateur où un matériau diélectrique est placé entre ses deux armatures	
Figure (I.2).....	8
Figure (I.3). Schéma d'un condensateur plan.....	8
Les variations de ces deux paramètres en fonction de la fréquence de sollicitation sont présentées sur la Figure (I. 4):.....	15
Figure (I.5). (a) Variations des fonctions ϵ' et ϵ'' en fonction de la pulsation angulaire ω , et (b) le diagramme Cole-Cole du modèle de Debye.	15
Figure (I.6). Phénomènes de dispersion diélectrique associés aux différents types de Polarisabilité.....	17
Figure (I.7). Schéma équivalent d'un condensateur.....	19
Figure (I.8). Évolution de la permittivité réelle et imaginaire avec la fréquence	20
Figure (I.9). Représentation schématique des différentes classes de matériaux diélectriques	23

Chapitre II : Propriétés diélectriques de la matière et lois de mélanges

Figure (II. 1) (a), (b) Structures pérovskite.....	28
Figure(II. 2) .(a). Effet de la température sur la permittivité et sur la structure pérovskite.....	28
Figure (II.2).(b) : Maille pérovskite : (1) phase ferroélectrique et (2) phase para-électrique...29	
Figure (II.2).(c) : Courbe de polarisation en fonction du champ électrique appliqué dans un matériau ferroélectrique, a) dans l'état ferroélectrique et b) dans l'état para-électrique.....	29
Figure (II.2).(d). Effet de la polarisation sur la structure cristalline pérovskite.....	30
Figure (II.3). Structure Pérovskite.....	31
Figure (II.4). Représentation de la structure cristalline de Cuprite (Cu ₂ O), où les cations de cuivre linéairement coordonnés sont montrés comme de petites boules et des anions d'oxygène coordonnés tétraédrique comme de grandes boules.....	32
Figure (II.5). Schématisation des cas extrêmes du modèle de Wiener pour un composite ternaire.....	41

Chapitre III : Ondes électromagnétiques et propagation guidée

Figure (III.1). Représentation d'une onde électromagnétique	47
---	----

Figure (III.2). Le spectre électromagnétique	48
Figure (III.3). Diffraction d'une onde électromagnétique	51
Figure (III.4). Structure d'un guide d'ondes	52
Figure (III.5). Représentation des deux champs $E \vec{}$ et $(H) \vec{}$ pour une onde électromagnétique	56
Figure (III.6). Guide d'onde rectangulaire.....	57

Chapitre IV :

Protocole expérimental

Figure (IV.1). Section d'un guide d'onde coaxial.....	66
Figure (IV.2). Section d'un guide rectangulaire	67
Figure (IV.3). Cellule guide rectangulaire.....	68
Figure (IV.4). Schéma bloc du banc de mesure à fréquence fixe	69
Figure (IV.5). Guide d'ondes rempli par le diélectrique et court-circuit	71
Figure (IV.6). Synoptique des grandeurs mesurées	74
Figure (IV.7). Mesure du TOS.....	76
Figure (IV.8). L'instrumentation utilisée en spectroscopie temporelle.....	80
Figure (IV.9). Dispositif expérimental pour la première réflexion	81
Figure (IV.10). Les réflexions dans le cas d'un long échantillon	82
Figure (IV.11). Réflexions multiples dans un échantillon.....	84
Figure (IV.12). Dispositif expérimental en ligne court-circuitée.....	85
Figure (IV.13). Les impédances dans la ligne de mesure court-circuitée	86
Figure (IV.14). Dispositif expérimental en ligne ouverte.....	88
Figure (IV.15). Les impédances dans la ligne de mesure ouverte	88
Figure (IV.16). Dispositif expérimental en ligne adaptée	90
Figure (IV.17). Diagramme expérimental de la réflectométrie dans le domaine temporel.....	94
Figure (IV.18). Diagramme de la cellule de mesure	94
Figure (IV.19). Principales étapes d'un procédé de fabrication des échantillons par moulage.....	98
Figure (IV.20). Variation de la température théorique du en fonction du temps.....	99
Figure (IV.21). Variation de la température en fonction du temps	100
Figure (IV.22). Les cycles de frittage des échantillons réel opté.....	101
Figure (IV.23). Variation de la densité en fonction de la fraction volumique de BT	102
Figure (IV.24). Variation de la densité en fonction de la température de frittage	103
Figure (IV.25). Echantillon parallélépipède (a), Echantillons cylindrique creux (b)	104

Chapitre V : Résultats et discussions

Figure (V.1). Variation of ϵ' en fonction de la fréquence.....	106
Figure (V.2). Le comportement de ϵ'' du composite en fonction de la fréquence et la température de frittage.....	107
Figure (V.3). Variation de la conductivité du composite en fonction de la fréquence et la température de frittage.....	108
Figure (V.4). Le comportement de la partie réelle du module électrique M' du composite en fonction de la fréquence et la température de frittage.....	108
Figure (V.5). Le comportement de la partie imaginaire du module électrique M'' du composite en fonction de la fréquence et la température de frittage.....	110
Figure (V.6). Modélisation de la permittivité avec les lois de Lichtenecker et Lichtenecker modifié en fonction de la fraction volumique du Cu_2O	113
Figure (V.7). Représentation de l'erreur quadratique SE en fonction de la fraction volumique du Cu_2O	115
Figure (V.8). Représentation de la permittivité en fonction de la fraction volumique du Cu_2O avec les différents modèles à $T = 150\text{ }^\circ\text{C}$, $T = 200\text{ }^\circ\text{C}$, et $T = 250\text{ }^\circ\text{C}$	116
Figure (V.9). Variation du Facteur de forme en fonction de la température de frittage.....	117
Figure (V.10). Variation de la permittivité de BT, Cu_2O , et RE en fonction de la température de frittage.....	118
Figure (V.11). FoM (Figure de mérite).....	119
Figure (V.12). Variation de la conductivité statique en fonction de la fraction volumique du Cu_2O	120
Figure (V.13). Variation de la conductivité statique en fonction de la température de frittage.....	121
Figure (V.14). Présentation des déviations de la permittivité pour des concentrations fixe de Cu_2O pour différentes températures de frittage.....	122
Figure (V.15). Variation des pertes Tan (δ) en fonction de la température de frittage.....	123

Listes des tableaux

Tableau(I. 1) Mécanismes de la polarisation électrique	14
Tableau (II. 1). Paramètres Cristallographiques de l'oxyde de cuivre selon Wells (1984) and Asbrink and Norrby (1970).....	33
Tableau (III. 1) Domaines du spectre électromagnétique.....	50
Tableau (IV. 1). Quelques standards des guides d'ondes coaxiaux.....	67
Tableau (IV. 2). Caractéristiques des guides rectangulaires bande X et Ku	67
Tableau (IV. 3). Donne les principales caractéristiques techniques des matériaux utilisés	95
Tableau (IV. 4). Les masses correspondantes aux différentes fractions volumiques utilisées .	96
Tableau (IV. 5).Variation de la température du four en fonction du temps	100
Tableau (IV. 6). La variation de la densité des échantillons en fonction des fractions volumiques	102
Tableau (V. 1). Valeurs du MSE en fonction de la température de frittage pour les deux modèles	114



Introduction générale

Introduction Générale

Depuis une quarantaine d'années, l'électronique a connu un essor important dans de nombreux domaines, tels que l'informatique, le secteur médical, la domotique ou encore le secteur militaire. Cependant, la principale raison de cet essor est l'explosion des télécommunications (communication par satellites, téléphonie mobile, etc.) dans le monde, tant dans le domaine militaire que civil. Face à une demande très forte dans ce dernier secteur, de plus en plus de services sont accessibles à un grand nombre de personnes. Cela a pour conséquence une adaptation perpétuelle des systèmes électroniques à une intégration très forte des composants, et à une montée en fréquence causée, notamment, par l'encombrement croissant des bandes allouées et l'augmentation importante du débit nécessaire. Ces évolutions devant intervenir à moindre coût, des critères de plus en plus sévères sont donc imposés à toutes les fonctions classiques de l'électronique telles que les fonctions de filtrage par exemple. L'étude des matériaux composites a commencé il y a plus d'un siècle et les efforts en vue de concevoir de nouveaux produits n'ont cessé d'être soutenus. La recherche de nouveaux matériaux est l'une des plus prometteuses [1-2].

A la base de toutes les fonctions électroniques, les matériaux offrent un large domaine d'investigations et font naître de nouvelles technologies. Plus particulièrement, les matériaux composites permettent de nombreuses applications grâce à leurs propriétés intrinsèques, mécaniques, diélectriques ou encore magnétiques. Les matériaux diélectriques continuent à jouer un très important rôle dans les systèmes de communication à micro-ondes. Les appareils électroniques modernes, avec toutes leurs complexités, dépendent extrêmement de la nature et de la sécurité de fonctionnement des matériaux diélectriques utilisés pour leur construction.

Les céramiques et les polymères (plastiques) récentes sont les premiers isolants de bonne qualité. Actuellement, les diélectriques suscitent de nombreux travaux pour des applications micro-ondes (résonateurs diélectriques accordables ou déphaseurs). Elles peuvent avoir une permittivité modérée et des tangentes de pertes les plus faibles possibles. Nous devons en plus, ajouter que ces matériaux doivent travailler en continu (DC) aussi bien qu'en très hautes fréquences, en atmosphère sèche et en atmosphère humide, aux très basses et très hautes températures.

L'application des matériaux composites s'étend de l'industrie du sport à l'aérospatiale. Dans le domaine du génie électrique et depuis trois décades, l'application de l'isolation composite dans les appareillages haute tension à base de polymères chargés avec des minéraux et renforcés avec des fibres avait connu une augmentation tout à fait spectaculaire. Aussi, les

propriétés électriques des composites, comportant des particules dispersées aléatoirement dans une matrice isolante, sont sujet à de nombreuses études aussi bien de la part des physiciens travaillant dans le domaine de la physique du solide, pour des raisons théoriques, que pour les applications industrielles. Les composites, ayant une conductivité électrique plus importante sont largement répandus dans les applications du type écrans électromagnétiques pour les dispositifs électriques ou de l'élimination de la charge électrostatique dans les composants électroniques en vue de leur protection. Grâce à la capacité d'absorption des ondes radio, ces matériaux sont aussi utilisés pour les couvertures radar. Un grand intérêt est apporté aux polymères chargés par les céramiques ferroélectriques tel que le titanate de baryum qui sont utilisés dans l'industrie des capteurs. Les efforts sont également faits pour un meilleur contrôle du comportement physique de la constante diélectrique en fonction des fractions volumiques, la micro-géométrie ou la morphologie et en fonction des conditions de préparations tel que la température et la pression[2-5].

L'intérêt des matériaux composites provient de la possibilité d'obtenir des propriétés diverses en fonction des caractéristiques des phases constituantes. La caractéristique effective d'un matériau composite ne dépend pas seulement des propriétés physiques de ses constituants, mais elle est également déterminée par la micro-géométrie d'un tel système hétérogène. Il s'agit principalement des formes d'inclusions, de leurs répartitions dans la matrice, de leur orientation par rapport aux contraintes externes (forces électriques, forces mécaniques, etc.), et de leur fraction volumique (concentration). Ainsi, les caractéristiques effectives du matériau sont une fonction très complexe, dépendant de tous ces facteurs, et difficiles à décrire théoriquement.

Notre travail porte précisément sur les propriétés diélectriques des matériaux hétérogènes, et plus particulièrement sur leur permittivité effective complexe. Pour concevoir de nouveaux matériaux, une analyse de leurs comportements est nécessaire. La possibilité de traitement d'une telle hétérostructure à l'aide des paramètres effectifs, ainsi que l'influence des inhomogénéités sur le comportement du champ électrique, est essentiel dans certaines applications.

La permittivité effective des hétérostructures, décrivant les relations entre les propriétés microscopiques et macroscopiques des composites, a été décrite par de nombreuses formules analytiques et théoriques, appelées 'lois de mélanges'. Les premières ont été proposées il y a déjà plus de 150 ans ; il s'agit des célèbres formules de Claussius Mossotti, de Maxwell-Garnett et de Rayleigh. Cependant, les travaux sur les lois de mélanges se poursuivent jusqu'à nos jours. La raison de cette évolution est que les lois de mélanges ne peuvent prédire que les

propriétés électriques de certains milieux composites particuliers, et seulement dans certains cas spécifiques. Les problèmes principaux qui se posent encore, concernent les grandes concentrations de la charge dans la matrice, les interactions multipolaires qui ne sont pas prises en considération, les rapports importants des valeurs de permittivités des phases constituantes, la forme des inclusions ou la morphologie et la répartition des particules dans la matrice [6].

Depuis environ trois décennies et grâce aux progrès considérables réalisés dans la modélisation et les calculs électromagnétiques, les efforts et tentatives utilisant les méthodes numériques pour le calcul de la permittivité diélectrique effective des composites ont permis d'obtenir des valeurs plus proches des valeurs exactes que celles données par les lois de mélanges analytiques [7].

De points de vue scientifique et industriel, la modélisation des matériaux composites permet leurs analyses d'une manière efficace avec une économie de temps et de coût. Ceci nécessite une connaissance plus complète de leurs propriétés, sachant que les diélectriques changent en fonction des concentrations des phases constituantes, de la morphologie de chaque phase, de la permittivité de chaque phase ainsi que des conditions de préparation. Mais ceci permet avant tout une étude plus complète de leurs propriétés, par exemple la prédiction de leur permittivité effective en fonction des paramètres constituants, présentent les points faibles des lois des mélanges qui limitent leurs applications.

Les travaux de recherches ne peuvent prendre en compte de la totalité de ces considérations demandant toujours une perpétuelle recherche et nécessitant de grands moyens. On s'est limité au comportement diélectrique de nouveaux matériaux, que nous avons élaborés nous-mêmes à partir de diélectrique digne d'intérêt qui sont le Titanate de Baryum (BaTiO_3) et l'oxyde de cuivre (Cu_2O) et la résine époxyde.

Notre travail est une suite des travaux de recherche [34-40,51,52] au Laboratoire d'Instrumentation Scientifique "LIS", département d'électronique, faculté de technologie, Université Ferhat Abbas Sétif-1 en collaboration avec le département de physique appliquée de la faculté des sciences de l'université de Saragoza en Espagne sous la Direction du Pr Juan Pablo Martinez Jiménez dans le domaine de caractérisation des matériaux en hyperfréquence. Nous complétons, notre étude par d'autres paramètres physiques tels que l'effet de frittage et la morphologie dans les propriétés diélectriques des matériaux composites ainsi que les phénomènes de relaxations.

On s'intéresse également à l'étude et la modélisation du comportement diélectrique d'un composite ternaire préparé à température ambiante avec un mélange fait de résine époxy

(RE), du titanate de baryum (BaTiO_3) et d'oxyde de cuivre (Cu_2O), fritté à trois différentes températures (150°C , 200°C et 250°C). On a utilisé la réflectométrie dans le domaine temporel (TDR) pour caractériser les échantillons dans la plage [DC à 2 GHz] en faisant une étude particulière en basse fréquence à 500 MHz. Celle-ci a été axée sur les effets de frittage et l'ajout du titanate de baryum sur les propriétés diélectriques. Les effets ont été quantifiés en fonction de la fraction volumique du BaTiO_3 et du Cu_2O , selon une méthode d'optimisation basée sur les régressions non linéaires (RNL) lors du calcul de la permittivité diélectrique du composite, afin de minimiser les erreurs systématiques possibles et de montrer l'effet de ces deux constituants d'une manière quantitative. De plus une explication sur l'effet de la température de frittage sur les mélanges ternaires est mise en relief à travers le modèle de Lichtenecker modifié. Toutefois, l'importance émanant de cette loi est allouée d'une part à la validation et la concordance des résultats expérimentaux avec ceux de la théorie et d'autre part à l'investigation de l'effet de la température sur le facteur de forme donné par le modèle de Lichtenecker modifiée.

Le premier chapitre est dédié aux matériaux en électronique dans lequel un panorama des différentes formes de matériaux est donné. En particulier une étude théorique détaillée est réservée aux phénomènes de polarisation et à la théorie du champ local en se basant sur les équations de Maxwell. Cette dernière prend en considération la permittivité et la conductivité. En outre le phénomène de dispersion et les pertes diélectriques sont éclaircis.

Le deuxième chapitre expose un aperçu sur les différents matériaux utilisés dans l'élaboration de nos échantillons. Une présentation des propriétés physiques et cristallographiques des matériaux utilisés dans leurs fabrications, ainsi que les effets de la température sur leurs propriétés électriques et granulométriques est évoquée. Un passage est établi sur la ferroélectricité et les propriétés ferroélectriques du titanate de baryum, et sa structure pérovskite, ainsi que les structures des oxydes de cuivres. La présentation des lois de mélanges et des problèmes fondamentaux rencontrés dans la prédiction de la permittivité effective complexe des matériaux composites est divulguée. Des méthodes numériques pour la détermination et l'optimisation des paramètres des modèles ou lois de mélanges sont exposées. Nous présentons également d'une manière plus détaillée les modèles les plus connues tenant compte de l'effet de la morphologie (forme des inclusions).

Dans le troisième chapitre, nous abordons d'abord quelques notions sur la propagation des ondes électromagnétiques en introduisant la théorie des champs électriques et magnétiques, les équations de Maxwell ainsi que les interactions ondes magnétiques-matières.

Le quatrième chapitre présente les systèmes de caractérisations des matériaux composites en hyperfréquence, montrant à la fois le banc à fréquence fixe et le système à balayage de fréquence autrement dit la réflectométrie dans le domaine temporel (TDR). Nous abordons également le protocole expérimental de préparation des échantillons et les systèmes de frittage à des différentes températures. Après la fabrication des échantillons et la mesure de leurs caractéristiques.

On présente dans le dernier chapitre les résultats de la modélisation, tenant compte qu'on a proposé un autre modèle basé sur le modèle de Lichtenecker, ensuite on a comparé les résultats obtenus de ce modèle par rapport aux modèles classiques. L'effet de la température de frittage sur les propriétés des matériaux est pris en considération. La proposition d'un modèle adéquat a fait part de notre travail, il prend en considération l'effet de température de frittage.

Nous terminerons par une conclusion retraçant les contributions présentées, sans oublier de souligner les perspectives envisagées.

Chapitre I

Les matériaux en électronique

1. Introduction

Dans l'histoire de l'électronique, de nombreux progrès technologiques furent consécutifs à l'apparition de nouveaux matériaux. L'exemple le plus frappant est, sans doute, la naissance de matériaux semi-conducteurs. Cette découverte se traduit rapidement par l'apparition, dans le domaine grand public, de récepteurs portables à base de transistors [39,40]. Cet abus de langage marquait en réalité l'ampleur considérable des changements tant dans l'esprit que dans la pratique d'une électronique qui devenait moderne grâce à la découverte d'un certain matériau à propriétés semi-conductrices. A l'époque, on ne prédisait pourtant pas au transistor un grand avenir surtout dans le domaine des fréquences élevées. Par l'exploitation de différents composés semi-conducteurs, par l'amélioration des matériaux et les technologies de préparation, les scientifiques repoussèrent des limites qui paraissaient insurmontables.

Les matériaux magnétiques prennent aussi une place considérable dans tous les domaines où des grandeurs électriques variant dans le temps sont utilisées, les exemples proches de la vie quotidienne sont très nombreux. On peut dire qu'à chaque domaine de fréquence correspond un type de matériau magnétique ou diélectrique différent. Aux fréquences plus élevées, ils sont remplacés par des matériaux céramiques que les progrès des technologies de préparation ne cessent de rendre plus performants. Ces céramiques que l'on appelle aussi "ferrites" sont aujourd'hui couramment utilisées dans divers dispositifs micro-ondes à des fréquences de plusieurs gigahertz [15-17]. L'avancée des recherches dans le domaine des matériaux micro-ondes ne s'arrête pas. Et l'on voit apparaître, peut-être pour remplacer ces ferrites devenues désormais classiques, des matériaux à propriétés singulières nés de l'association de plusieurs composants de base (matériaux composites), chacun apportant la propriété dominante pour laquelle il a été choisi. On arrive ainsi à donner des formes jusqu'alors inaccessibles grâce aux substances déformables, molles ou liquides, à privilégier une propriété physique spéciale (résistance à la chaleur, légèreté, résistance mécanique) et enfin, et ce n'est pas là le moindre intérêt, à réaliser des dispositifs à coût très bas donc accessibles au grand public.

Les matériaux composites non magnétiques font également l'objet d'applications nouvelles et nombreuses. Citons les structures absorbantes des ondes radars qui rendent les avions invisibles [27, 41]. Citons également les matériaux dits "chiraux" qui restent pour l'instant au stade des études en laboratoire, mais pour lesquels on prévoit déjà de les intégrer dans des antennes patch micro-ondes [13,14, 39]. Citons parmi les applications basses fréquences la constitution de

bobines non-résistives, et parmi les applications micro-ondes, la réalisation d'oscillateurs à grande pureté spectrale [14-15].

Dans ce chapitre un panorama des différentes formes de matériaux est donné. En particulier une étude théorique détaillée est réservée aux phénomènes de polarisation et à la théorie du champ local en se basant sur les équations de Maxwell. Cette dernière prend en considération la permittivité et la conductivité. En outre le phénomène de dispersion et les pertes diélectriques sont éclaircis.

2. Matériaux diélectriques

L'étude de la matière solide fut l'objet d'une longue recherche par une multitude de chercheurs depuis les premiers jours de la physique de la matière. L'intérêt majeur de cette étude se résume dans la compréhension des différents mécanismes et processus qui déterminent les propriétés de la matière. Dans notre cas, on s'intéresse à un certain type de matériaux diélectriques à l'état solide. Pour mieux les comprendre et voir leur interaction avec le champ électrique, on va aborder quelques notions fondamentales sur la physique de ce type de matériaux.

2.1. Dipôle électrique [1-3, 24]

Dans les matériaux diélectriques, les porteurs de charges électriques ne participent pas dans la conduction électrique. Cependant en présence d'un champ électrique externe ils vont se déplacer ; ce déplacement crée des dipôles électriques. Un dipôle électrique est donc une entité physique qui désigne un ensemble de deux charges électriques de signes différents, espacée l'une de l'autre par une distance 'd'. C'est ce déplacement qui est à l'origine de l'énergie stockée. La Figure (I.1) montre un dipôle composé de deux charges +q et -q.

Il existe deux types de dipôles : permanents et induits. Les premiers et en l'absence d'un champ externe sont dus à la dissymétrie qui existe au niveau moléculaire de certains matériaux, et qui aboutit à la non coïncidence des barycentres des charges positives et négatives. Ceux appartenant au deuxième type n'apparaissent que sous l'effet d'un champ électrique externe appliqué sur le matériau diélectrique.

Chaque dipôle électrique est caractérisé par son moment dipolaire \vec{m} donné par :

$$\vec{m} = q \cdot d \cdot \vec{r} \quad (\text{I.1})$$

Où \vec{r} est un vecteur unitaire dirigé de -q vers +q.

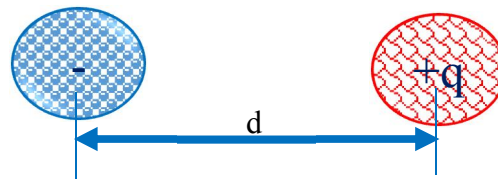


Figure (I.1). Dipôle électrique

2.2. La polarisation diélectrique

Pour mettre en évidence le phénomène de polarisation, il suffit de réaliser une expérience simple sur un condensateur où un matériau diélectrique est placé entre ses deux armatures Figure (I. 2).

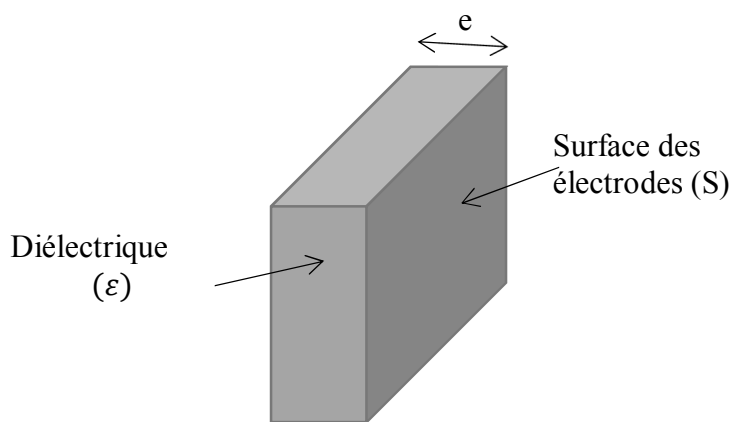


Figure (I. 3). Schéma d'un condensateur plan

La capacité d'un condensateur plan est donnée par la relation $C = \varepsilon \frac{S}{e}$

e : Epaisseur du diélectrique entre les deux armatures.

S : La surface efficace entre les deux armatures des électrodes.

ε : La permittivité diélectrique.

La permittivité totale ε_t d'un diélectrique se manifeste par l'augmentation de la capacité d'un condensateur que l'on constate lorsque l'espace inter-électrode, initialement vide, est rempli d'un isolant condensé. Cette augmentation est liée à l'aptitude du matériau à se polariser dans un champ, à cause des déplacements en sens opposés aux charges positives et négatives.

$$\varepsilon_t = \varepsilon_0 \frac{C}{C_0} \quad (I.2)$$

où : C capacité du condensateur rempli d'un matériau diélectrique, C_0 la capacité géométrique (capacité du condensateur où son diélectrique est l'air ou le vide) et ε_0 la permittivité du vide.

Du point de vue macroscopique, la polarisation \vec{P} d'un matériau linéaire et isotrope est reliée au champ électrique extérieur appliqué \vec{E} et au déplacement électrique \vec{D} , dans le cas de faibles champs appliqués, par les relations suivantes :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \chi \vec{E} \quad (\text{I.3})$$

$$\vec{D} = \varepsilon \varepsilon_0 \vec{E} = \vec{P} + \varepsilon_0 \vec{E} \quad (\text{I.4})$$

Où ε est la permittivité relative (ou constante diélectrique) du matériau et χ la susceptibilité diélectrique du matériau ($\varepsilon_0 = 1 + \chi$).

Ces équations montrent que le déplacement électrique naît de la contribution du vide ou de la contribution géométrique ($\varepsilon_0 \vec{E}$) et de la contribution de la polarisation du matériau \vec{P} . Tous les matériaux diélectriques sont capables de stocker l'énergie électrique lorsqu'un champ électrique externe leur est appliqué ; grâce au phénomène de polarisation [1-4]. Cette grandeur représente le nombre de moments dipolaires par unité de volume. Elle caractérise la facilité avec laquelle le diélectrique va se laisser influencer par le champ électrique en déplaçant ces barycentres de charges positives et négatives [2]. Un champ électrique uniforme \vec{E}_{ext} appliqué sur un échantillon de forme ellipsoïdale produit une polarisation uniforme \vec{P} :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \chi \vec{E}_{ext} \quad (\text{I.5})$$

Où χ est la susceptibilité diélectrique ; \vec{E}_{loc} est le champ local ou macroscopique à l'intérieur de l'échantillon. Cette polarisation, qu'on l'appelle aussi la densité volumique de polarisation, est le résultat de la contribution de plusieurs mécanismes qu'on va voir dans les sections suivantes.

2.3. Champ électrique local

Le champ électrique sur un point matériel, dû à un dipôle ponctuel de moment polaire \vec{m} et qui forme avec ce point un vecteur \vec{r} , est donné par [14] :

$$\vec{P}(\vec{r}) = \frac{3(\vec{r} \cdot \vec{m})\vec{r} - r^2 \cdot \vec{m}}{4\pi\varepsilon_0 r^5} \quad (\text{I.6})$$

Lorsque ce point matériel est entouré par n dipôles caractérisés chacun par son moment dipolaire \vec{m} et son vecteur \vec{r}_i , le champ total sur ce point sera :

$$\vec{E}_{dipôles} = \sum_{i=1}^n \frac{3(\vec{r}_i \cdot \vec{m}_i)\vec{r}_i - r_i^2 \cdot \vec{m}_i}{4\pi\varepsilon_0 r_i^5} \quad (\text{I.7})$$

En présence d'un champ électrique externe, ce point matériel sera sous l'effet d'un champ électrique "local". Ce dernier est la somme du champ externe \vec{E}_{ext} et du champ $\vec{E}_{dipôles}$ créé par les différents dipôles qui l'entourent. On peut écrire :

$$\vec{E}_{loc} = \vec{E}_{ext} + \vec{E}_{dipôles} \quad (I.8)$$

Pour les milieux peu denses (gaz), les distances qui séparent les différentes particules sont importantes, par conséquent l'influence de ces particules sur un point donné sera négligeable devant l'effet qu'exerce un champ externe sur ce point. Le champ local dans ce cas se réduit au champ appliqué : $\vec{E}_{loc} \approx \vec{E}_{ext}$

Dans le cas des milieux denses (liquides ou solides), les particules sont assez proches les unes des autres. Le champ qu'exercent les dipôles sur un point matériel est donc important et ne peut être négligé. Pour un milieu cristallin linéaire, homogène et isotrope, le champ local est donné par l'expression :

$$\vec{E}_{loc} = \vec{E}_{ext} + \frac{\vec{P}}{3\epsilon_0} \quad (I.9)$$

Où $\frac{\vec{P}}{3\epsilon_0}$ est le champ créé par les dipôles et qu'on appelle : champ de Lorentz [3].

2.4. Mécanismes de la polarisation diélectrique

Quatre principaux mécanismes sont à l'origine de la polarisation diélectrique dont l'effet de chacun dépend fondamentalement de la fréquence du champ appliqué. Ces quatre types de polarisations sont [1, 22, 31] :

- La polarisation électronique.
- La polarisation ionique (ou moléculaire).
- La polarisation dipolaire (ou d'orientation).
- La polarisation hétérogène (ou inter-faciale).

2. 4.1. La polarisation électronique

Elle se manifeste lorsque le nuage électronique - qui est centré sur le noyau de l'atome - dévie de sa position d'équilibre sous l'effet d'un champ électrique externe. La valeur du déplacement est fonction de l'amplitude du champ et des forces d'attractions entre les charges positives du noyau et celles négatives dans le nuage. Les barycentres des deux types de charges ne coïncident plus, il y a donc naissance d'un dipôle induit, et par conséquent d'un moment dipolaire. Ce type de polarisation s'établit en un temps très court et il reste en contribution jusqu'à des fréquences très élevées grâce à la relative petite masse des électrons [22]. Cette polarisation est notée :

$$\vec{P}_e = N \cdot \alpha_e \cdot \vec{E}_{loc} \quad (I.10)$$

N est le nombre de particules par unité de volume.

2.4.2. La polarisation ionique (ou moléculaire)

Elle apparaît dans les matériaux qui contiennent des ions positifs et négatifs. Ces ions et en présence d'un champ électrique externe vont se déplacer pour s'aligner avec le champ appliqué. Il y a donc naissance de dipôles induits. Cependant, ce mécanisme devient imperceptible aux fréquences micro-ondes à cause de la relative grande masse des ions qui augmente le temps d'établissement et à cause aussi des fortes liaisons ioniques. Cette polarisation est donnée par :

$$\vec{P}_i = N \cdot \alpha_i \cdot \vec{E}_{loc} \quad (I.11)$$

2.4.3. Polarisation dipolaire (ou d'orientation)

Ce type de polarisation intervient dans le cas des milieux matériels qui possèdent des molécules polaires (tel que l'eau) et par conséquent des dipôles permanents. L'orientation de ces dipôles est aléatoire dans l'absence d'une excitation. Lorsqu'on applique un champ électrique externe, ils s'alignent avec ce dernier. Dans ce cas il n'y a pas un déplacement mais tout simplement une orientation des dipôles. Ce type de polarisation existe surtout dans les milieux liquides ou visqueux dans lesquels les dipôles peuvent se mouvoir. Il dépend fortement de la température car l'aspect aléatoire de l'orientation des dipôles est fonction des agitations thermiques [1, 22]. Le temps d'établissement de la polarisation dépend de la fréquence du champ appliqué et de la viscosité du milieu. L'expression de cette polarisation est donnée par

$$\vec{P}_o = N \cdot \alpha_o \cdot \vec{E}_{loc} \quad (I.12)$$

2.4.4. Polarisation hétérogène (ou inter-faciale) [27]

Lorsque le milieu matériel est composé de plus d'une phase, il est dit hétérogène. L'existence de plusieurs phases implique que lorsqu'il y a des charges qui peuvent se déplacer sous l'effet d'un champ électrique externe, leur déplacement finira par les accumuler au niveau des interfaces qui existent entre les différentes phases. Le cumul de ces charges crée une polarisation dite inter-faciale. Dans le cas général, la polarisation totale dans un matériau est donnée par la somme de ces quatre types :

$$\vec{P} = \vec{P}_e + \vec{P}_i + \vec{P}_o + \vec{P}_h \quad \Rightarrow \quad \vec{P} = N \cdot \alpha \cdot \vec{E}_{loc} \quad (I.13)$$

Où $\alpha = \alpha_e + \alpha_i + \alpha_o + \alpha_h$ est la polarisabilité totale dans le matériau. Selon la nature du milieu matériel, et selon la fréquence de travail, cette grandeur peut se réduire seulement à $(\alpha_e + \alpha_i)$ ou à $(\alpha_e + \alpha_i + \alpha_o)$.

2.5. Susceptibilité diélectrique

Partant de la relation (I.10) et (I.6) :

$$\begin{cases} \vec{P} = N \cdot \alpha \cdot \vec{E}_{loc} \\ \vec{E}_{loc} = \vec{E}_{ext} + \frac{\vec{P}}{3\epsilon_0} \end{cases} \Rightarrow \vec{P} = N \cdot \alpha \cdot \left(\vec{E}_{ext} + \frac{\vec{P}}{3\epsilon_0} \right) \quad (I.14)$$

$$\Rightarrow \vec{P} = \frac{3\epsilon_0 \cdot N \cdot \alpha}{3\epsilon_0 - N \cdot \alpha} \cdot \vec{E}_{ext} \quad (I.15)$$

Comme : $\vec{P} = \epsilon_0 \chi \vec{E}_{ext}$

On obtient donc :

$$\epsilon_0 \chi = \frac{3\epsilon_0 \cdot N \cdot \alpha}{3\epsilon_0 - N \cdot \alpha} \quad (I.16)$$

$$\chi = \frac{3 \cdot N \cdot \alpha}{3\epsilon_0 - N \cdot \alpha} \quad (I.17)$$

χ est appelée susceptibilité diélectrique.

2.6. Relation permittivité-susceptibilité diélectrique

Par définition, nous avons [1, 3] :

$$\vec{D} = \epsilon \cdot \vec{E}_{ext} \quad (I.18)$$

Comme :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \cdot \vec{E}_{ext} + \vec{P} \quad (I.19)$$

En remplaçant le vecteur de polarisation par son expression, on trouvera :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \cdot \vec{E}_{ext} + \epsilon_0 \cdot \chi \cdot \vec{E}_{ext} \quad (I.20)$$

Ou encore :

$$\vec{D} = \epsilon_0 (1 + \chi) \cdot \vec{E}_{ext} \quad (I.21)$$

Par comparaison avec (I.18) on trouve que $\epsilon = \epsilon_0 (1 + \chi)$.

Le rapport entre ϵ et ϵ_0 définit la permittivité diélectrique relative :

$$\epsilon_r = (1 + \chi) \quad (I.22)$$

2.7. Relation de Clausius-Mossotti

D'après les équations (I.17) et (I.22), on peut aboutir à la formule :

$$\frac{\varepsilon_r - 1}{\varepsilon_r + 2} = \frac{N \cdot \alpha}{3 \varepsilon_0} \quad (\text{I.23})$$

Cette formule est connue par "la relation de Clausius-Mossotti" et qui relie la permittivité diélectrique relative ε_r à la polarisabilité α .

2.8. Comportement dynamique de la polarisation dipolaire

Si un champ électrique E est appliqué sur un système moléculaire, tous les dipôles, pris individuellement, tendent à s'orienter dans la direction du champ, de façon à diminuer l'énergie potentielle du système. Toutefois, les molécules étant en interaction thermique, l'agitation moléculaire tend à s'opposer à l'orientation des dipôles due au champ. Le passage de l'état non polarisé en absence du champ électrique à un état polarisé en équilibre avec le champ n'est pas un phénomène instantané. En effet, un certain retard à l'établissement de la polarisation se manifeste à cause de l'inertie du mouvement des dipôles. Ce phénomène est appelé relaxation diélectrique.

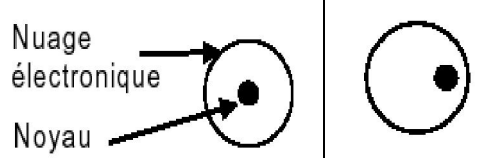
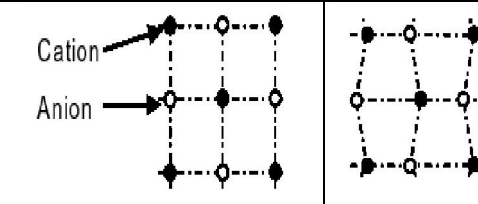
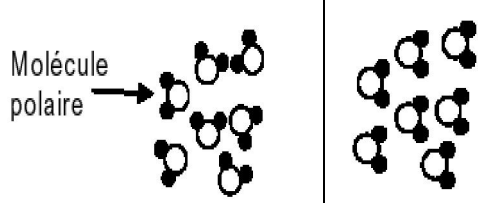
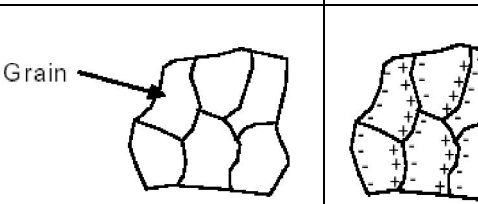
2.8.1. Modèle de Debye [6, 32-35, 42, 43]

La relaxation dipolaire au sens de Debye est un processus purement visqueux sans force de rappel élastique et donc du premier ordre. L'équation type d'un tel phénomène est, par exemple, celle qui décrit le mouvement d'une particule de masse non négligeable après l'application d'une force constante dans un milieu visqueux exerçant sur la particule une force de freinage. Par analogie, on peut écrire que la polarisation dipolaire P_d d'un ensemble de dipôles en équilibre thermique obéit à l'équation :

$$\frac{dP_d}{dt} = \frac{1}{\tau} [\varepsilon_0(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)E(t) - P_d(t)] \quad (\text{I.24})$$

Ici τ désigne le temps unique de relaxation dipolaire. Les différents types de polarisation sont récapitulés dans le tableau (I.1).

Tableau(I. 1) Mécanismes de la polarisation électrique

Durée d'établissement	Type de Polarisation	En l'absence du champ électrique $E=0$	Sous un champ électrique E	Description
10^{-14} à 10^{-16} s	Electronique	Nuage électronique Noyau		Déplacement du centre d'inertie du nuage électronique par rapport au centre d'inertie du noyau des atomes
10^{-10} à 10^{-13} s	Ionique ou Atomique	Cation Anion		Déplacement relatif d'ions de charges opposées les uns par rapport aux autres créant des dipôles
10^{-9} à 10^{-3} s	Dipolaire	Molécule polaire		Déplacement de dipôles permanents (molécules par exemple) qui s'orientent pour être parallèle au champ (rare dans le cas de matériaux cristallins)
10^{-5} à 10^3 s	Charge d'espace ou Inter-faciale	Grain		Déplacement de porteurs libres qui se concentrent aux défauts, lacunes, impuretés, joints de grains, surfaces, etc. créant une polarisation aux interfaces

Imaginons maintenant que les dipôles (ou par analogie les particules) sont dans un champ alternatif de la forme :

$$E^* = E_0 e^{j\omega t} \quad (\text{I.25})$$

En régime alternatif, toutes les variables, et en particulier la polarisation P_d oscillent Sinusoïdalement à la pulsation ω , si bien que l'on peut écrire :

$$P_d^* = |P_{d_0}| e^{(j\omega t + \varphi)} \quad (\text{I.26})$$

Et on peut obtenir directement la solution de l'équation (I.24) :

$$P_d^* = \frac{\epsilon_0(\epsilon_s - \epsilon_\infty)E^*}{1 + j\omega\tau} \quad (\text{I.27})$$

Sachant que :

$$P_d^* = \varepsilon_0(\varepsilon^* - \varepsilon_\infty)E^*$$

il est donc possible de déterminer la constante diélectrique relative complexe :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_s + \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)}{1 + j\omega\tau} \quad (I.28)$$

Cette relation est le modèle de Debye.

Par convention : $\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega)$ donc :

$$\begin{cases} \varepsilon'(\omega) = \varepsilon_s + \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)}{1 + (\omega\tau)^2} \\ \varepsilon''(\omega) = \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \end{cases} \quad (I.29)$$

Les variations de ces deux paramètres en fonction de la fréquence de sollicitation sont présentées sur la Figure (I. 4):

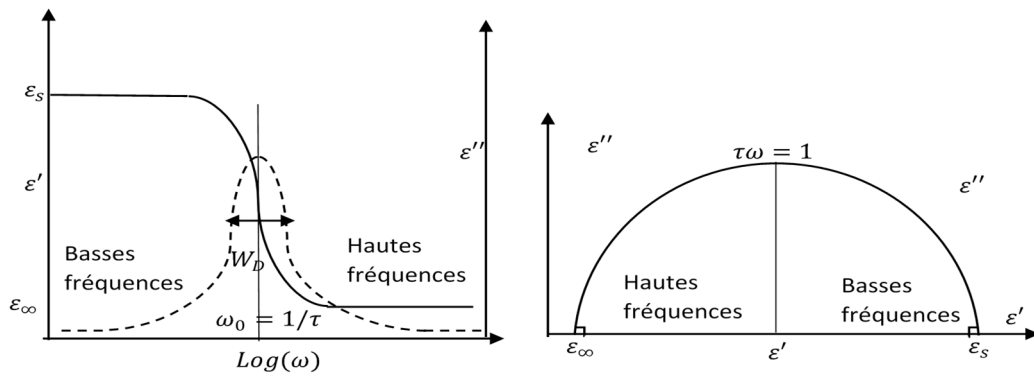


Figure (I. 5). (a) Variations des fonctions ε' et ε'' en fonction de la pulsation angulaire ω , et (b) le diagramme Cole-Cole du modèle de Debye.

Ce modèle à temps de relaxation unique se caractérise par une réponse diélectrique dont la largeur à mi-hauteur du pic ε est $W_D = 1,144$ décades en échelle logarithmique. La représentation de cette équation dans le plan complexe, appelée diagramme d'Argand ou plus communément diagramme Cole-Cole quand il s'agit du diagramme $(\varepsilon', \varepsilon'')$, est un demi-cercle de rayon $\left(\frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{2}\right)$ et dont le centre est placé sur l'axe des ε' à l'abscisse $\left(\frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty}{2}\right)$. La permittivité donc peut varier avec la température, la fréquence et l'amplitude du champ électrique d'excitation, les contraintes extérieures, etc.

En définissant la fréquence de relaxation cyclique $\omega_r = \frac{1}{\tau}$, on peut réécrire l'équation (I.28) sous la forme :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_s + \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)}{1 + j\frac{\omega}{\omega_r}} \quad (0I.30)$$

Pour un matériau possédant une conductivité non nulle, le terme des pertes dues à la conductivité doit être ajouté au modèle. On obtient ainsi :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_s + \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)}{1 + j\frac{\omega}{\omega_r}} - j \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \quad (0I.31)$$

La partie imaginaire de la permittivité devient dans ce cas :

$$\varepsilon''(\omega) = \frac{\tau\omega(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)}{1 + (\tau\omega)^2} + \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \quad (0I.32)$$

Elle représente les pertes diélectriques (premier terme) et les pertes dites de la conductivité ionique. Ces deux termes sont égaux lorsque ω est égale à :

$$\omega = \sqrt{\frac{\omega_r^2 \sigma}{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \omega_r \varepsilon_0 + \sigma}} \quad (0I.33)$$

2.8.2. Pertes diélectriques [1-3, 24]

Si on excite un matériau diélectrique par un champ électrique sinusoïdal : $\vec{E} = \vec{E}_0 e^{j\omega t}$ compte tenu de la durée d'établissement de la polarisation, un retard ou déphasage δ (dépendant de la pulsation ω) peut apparaître entre le champ électrique appliqué \vec{E} et la polarisation induite

$$\vec{P} = \vec{P}_0 e^{j(\omega t - \delta)} \quad (I.34)$$

Nécessairement l'induction électrique sera sinusoïdale avec le même retard δ par rapport au champ appliqué :

$$\vec{D} = \vec{D}_0 e^{j(\omega t - \delta)} = \varepsilon_0 \varepsilon_r^*(\omega) \vec{E} \quad (I.35)$$

Pour un matériau linéaire homogène isotrope, la permittivité est une grandeur complexe, fonction de la pulsation ω . (ou de la fréquence) :

$$\varepsilon_r^*(\omega) = \varepsilon_r(\omega = 0) \cdot e^{i\delta} = \varepsilon'(\omega) + j\varepsilon''(\omega)$$

on aura :

$$\begin{cases} \varepsilon'(\omega) = \varepsilon_r(\omega = 0) \cdot \cos(\delta) \\ \varepsilon''(\omega) = \varepsilon_r(\omega = 0) \cdot \sin(\delta) \end{cases} \quad (I.36)$$

Le rapport de $\varepsilon''(\omega)$ par $\varepsilon'(\omega)$ exprime le coefficient de pertes (en %) qui est le rapport de l'énergie dissipée et celle apportée par le travail électrique [1-3, 24].

L'énergie dissipée est celle apportée par le travail électrique

$$W_{dissipée} = \int_{cycle} E \cdot dD \cdot dV \quad (I.37)$$

Où dV est un élément de volume d'où

$$W_{dissipée} = V \cdot \varepsilon'' \cdot \frac{E_0^2}{2} \quad (I.38)$$

Avec V le volume du diélectrique

$$W_{dissipée} = C \cdot \frac{U_{max}^2}{2} \quad (I.49)$$

Nous avons :

$$\begin{cases} C = \varepsilon' \frac{S}{e} \\ U_{max} = e \cdot E_0 \end{cases} \Rightarrow W_{Totale} = V \varepsilon' \frac{E_0^2}{2} \quad (I.50)$$

Alors le coefficient de pertes

$$\tan(\delta) = \frac{W_{dissipée}}{W_{Totale}} = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (I.51)$$

2.8.3. Phénomène de dispersion diélectrique [30]

Des informations importantes peuvent être obtenues en étudiant les interactions entre une onde électromagnétique de fréquence variable et le matériau. En particulier les variations de la permittivité complexe avec la fréquence Figure (I.4).

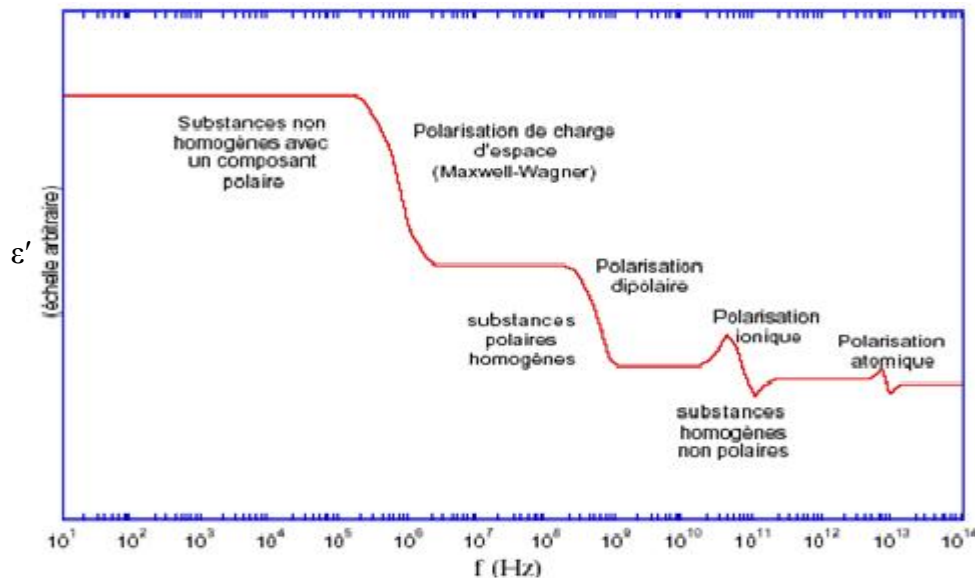


Figure (I. 6). Phénomènes de dispersion diélectrique associés aux différents types de Polarisabilité

Dans le cas des P_e et P_i , les charges soumises à des forces de rappel proportionnelles à leurs déplacements, sont considérées comme des oscillateurs harmoniques. Les dispersions, associées à ces déplacements localisés de charges, sont des résonances. Par contre dans les deux processus de polarisation P_d et P_s , les mouvements auxquels sont soumises les particules sont en outre soumis à des forces de frottement de type visqueux. Les dispersions associées s'étalent ainsi dans un domaine de fréquence plus large et portent le nom de relaxation [41, 44-47].

2.8.4. Conductivité

Il n'a été question jusqu'à ici dans les diélectriques que la conduction de type électronique, mais il est évident que les ions peuvent contribuer à la conductivité des matériaux solides. Il existe en principe une méthode simple pour déterminer la nature (ionique ou électronique) de la conductivité observée. Elle consiste à soumettre le matériau étudié à une pression hydrostatique élevée. En rapprochant les atomes et/ou les chaînes polymériques, une telle pression favorise le recouvrement des orbitales moléculaires, donc la délocalisation des électrons, et par suite la conductivité électronique. Inversement, en diminuant l'espace disponible pour le déplacement des ions, elle tend à diminuer la conduction ionique [14, 27]. La conductivité électrique traduit l'aptitude du matériau à laisser passer des charges électriques. Elle se déduit de la partie imaginaire de la permittivité ε'' par la relation suivante :

$$\sigma = \varepsilon'' \cdot \omega \cdot \varepsilon_0 \quad (\text{I.38})$$

Où ω la pulsation.

3. La modélisation fréquentielle de la permittivité

Comme on l'a déjà vu dans les mécanismes de polarisation, et comme c'est le cas dans une multitude de publications [29, 41, 43-47] la permittivité diélectrique d'un milieu matériel dépend considérablement de la fréquence du champ appliqué. Le degré de dépendance diffère d'un matériau à un autre. Dans la littérature plusieurs auteurs ont proposé chacun sa propre formulation aux problèmes, néanmoins les modèles proposés par Debye [45], Cole-Cole [46] ou Cole-Davidson [47] restent les plus utilisés, vu leur degré de validité pour les différents matériaux étudiés.

4. Réponse en fréquence des différents mécanismes de polarisation

La polarisation totale est la somme des effets des polarisations, elles sont soumises à des phénomènes de relaxation et de résonance en fonction de la fréquence. L'orientation dipolaire relaxe dans le domaine des hyperfréquences par contre la polarisation ionique se manifeste dans

l'intervalle des infrarouges (IR) et la polarisation électronique résonne dans le domaine des ultraviolet.

4.1. Permittivité diélectrique complexe

Chacun de ces mécanismes de relaxation ou de résonance de la polarisation a une traduction dans la réponse en fréquence du matériau diélectrique. Cette réponse en fréquence s'exprime par la permittivité diélectrique complexe reliant la polarisation et le champ électrique suivant la formule [14,15] :

$$p(\omega) = \varepsilon^*(\omega) E(\omega) \quad \text{Avec} \quad \varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) \quad (\text{I.52})$$

Pour quantifier le degré d'absorption électrique d'un matériau diélectrique à une fréquence donnée, on utilise souvent le facteur de pertes :

$$\text{Tan}(\delta) = \frac{\varepsilon''(\omega)}{\varepsilon'(\omega)} \quad (\text{I.53})$$

Ce facteur qui est fondamental pour l'utilisation d'un matériau, en particulier aux hautes fréquences, peut être défini dans le plan complexe des impédances comme l'écart au condensateur parfait (Figure I.5).

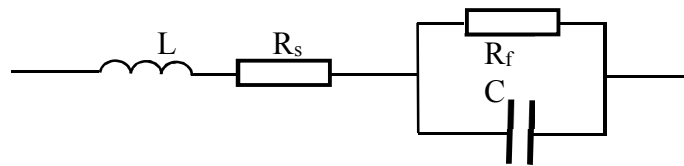


Figure (I. 7). Schéma équivalent d'un condensateur

C ; condensateur de parfait

Rs : résistance série équivalente

L : inductance du bobinage des connections

R_f: résistance de fuite du condensateur (elle est principalement liée aux pertes diélectrique et à la conductivité)

Sur la Figure (I.6). sont résumés schématiquement les différents mécanismes de relaxation et de résonance responsables des variations de ε' et de ε'' . La tendance générale concernant la partie réelle est à la baisse depuis les valeurs élevées à basses fréquences jusqu'à des valeurs proches du un aux très hautes fréquences ($f > 10^{15}$ Hz). Lorsque les radiations électromagnétiques sont à très hautes fréquences, l'interaction entre celles-ci et le matériau est très faible et le diélectrique se comporte comme le vide soit $\varepsilon' = 1$. Cette tendance générale à la baisse de ε' avec la fréquence s'accomplit principalement par une succession de mécanismes restreints à

certaines gammes de fréquences. Aux basses fréquences $f < 100$ MHz environ, la décroissance de ϵ' s'effectue par marches s'étendant chacune sur environ une décade en fréquences. Ces marches traduisent un mécanisme de relaxation dipolaire lié à la réorientation d'un dipôle.

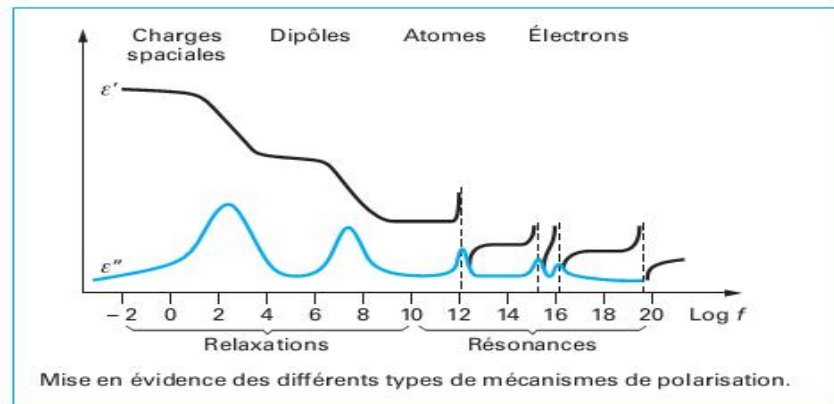


Figure (I. 8). Évolution de la permittivité réelle et imaginaire avec la fréquence

4.1.1 Aux basses fréquences ($f < 10$ kHz)

On observe la relaxation de dipôles macroscopiques liés, soit à l'accumulation de charges libres (charges d'espace Coehlo), soit à des hétérogénéités macroscopiques du matériau (Maxwell Wagner Jonscher). Dans ce cas, ce sont donc les interfaces étendues des matériaux (surface, joints de grain) qui fixent la géométrie d'orientation des dipôles. L'intensité de la relaxation, c'est-à-dire l'amplitude du saut de ϵ' , $\Delta\epsilon' = \epsilon_S - \epsilon_\infty$, dépend de la densité de porteurs libres ainsi que de leur mobilité. Un lien entre la fréquence de cette relaxation et la conductivité est donc la signature absolue de ce mécanisme [42, 43]. Cela se traduit par une similitude entre l'énergie d'activation E_a de la conductivité σ et celle de la fréquence de relaxation f est donnée par :

$$f \sim \exp\left(-\frac{E_a}{KT}\right) \sim \sigma \quad (\text{I.54})$$

Cette équation d'Arrhenius montre que la fréquence de relaxation comme la conductivité (dans un modèle semi-conducteur) tend vers zéro à température nulle.

4.1.2. Dans la gamme des radiofréquences (100 kHz $< f < 10$ MHz)

Ce sont les dipôles microscopiques tels que ceux décrits précédemment qui relaxent. En appliquant le modèle de Langevin (9) on établit simplement un lien entre l'amplitude du saut de ϵ' ϵ' et la densité N de dipôles μ :

$$\Delta\epsilon = \epsilon_S - \epsilon_\infty = \frac{N\mu^2}{3KT} \quad (\text{I.55})$$

Cette équation montre que le saut de permittivité associé à des dipôles microscopiques tend vers l'infini lorsque la température tend vers 0. Il s'agit là d'une loi très générale du comportement des systèmes dits para électriques. De plus, la fréquence de relaxation suit encore une loi d'Arrhenius analogue à l'équation (I.41) mais cette fois sans lien avec la conductivité du matériau. La fréquence de relaxation est directement liée au potentiel microscopique que subit individuellement chaque dipôle. Dans certains cas, il est possible d'établir une relation quantitative entre les mesures macroscopiques de la permittivité et des spectroscopies locales telles que la RMN ou la RPE [44, 45].

4.1.3. Aux fréquences supérieures à 1 GHz

Dès que la fréquence devient supérieure à 1 GHz, de nouveaux mécanismes de décroissance de la permittivité apparaissent: les résonances. Comme précédemment, après chacune de ces résonances, ϵ' décroît mais cette diminution s'effectue au travers d'une résonance marquée par une divergence vers les valeurs positives suivie d'un retour par une divergence négative. Cette résonance traduit toujours une oscillation d'une espèce chargée dont la force de rappel augmente avec la fréquence :

- Aux fréquences $f < 10^{14}$ Hz, ce sont les atomes qui oscillent autour de leur position d'équilibre (vibrations de phonons).
- dans le domaine de l'optique visible 10^{14} Hz $< f < 10^{15}$ Hz, les électrons de valence et des couches externes subissent la force d'attraction de leur noyau induisant les processus d'excitation/ désexcitation à la base de l'absorption et de l'émission optique. Dans cette gamme de fréquences, la permittivité diélectrique se déduit de l'indice optique.
- dans le domaine des rayons X, les électrons des couches profondes contribuent aux résonances à plus hautes fréquences car la force de rappel qu'ils subissent du noyau est beaucoup plus importante que dans le cas des électrons de valence.
- à l'extrémité du spectre, ce sont les excitations des particules au sein du noyau qui produisent des résonances.

Comme on peut le constater, il existe une relation logique entre la taille des entités chargées, l'énergie d'interaction avec leur environnement et leur contribution au spectre diélectrique. Sur la Figure (I.6), on voit que chacun des mécanismes responsables d'une diminution de la permittivité diélectrique s'accompagne d'une augmentation des pertes diélectriques. Ce lien très fondamental est décrit par les relations de Kramers-Kronig. On peut en déduire simplement que les matériaux à très forte permittivité auront nécessairement des pertes diélectriques importantes dans certaines gammes de fréquences.

De manière analogue à la réponse de systèmes mécaniques, la réponse diélectrique s'exprime sous forme de Lorentz pour les résonances (mouvement d'oscillation) :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{(\omega_0^2 - \omega^2 + j\gamma\omega)} \quad (\text{I.56})$$

Où ω_0 est la fréquence de résonance, $\varepsilon_s - \varepsilon_\infty$ son amplitude et γ son amortissement définissant la largeur du pic. La réponse diélectrique s'exprime sous la forme d'une équation de Debye pour les relaxations (force de frottement) :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{(1 + j\omega\tau)} \quad (\text{I.57})$$

Où $\varepsilon_s - \varepsilon_\infty$ est l'amplitude de la relaxation et τ le temps de la relaxation qui est l'inverse de la pulsation à laquelle se produisent la marche de ε' et le maximum de ε'' .

Cette description est succincte et schématique. De nombreuses variantes peuvent être trouvées dans la littérature comme les relaxations dans les verres [14] et les couplages entre oscillation et relaxation dans certains matériaux ferroélectriques.

4.1.4. Ferroélectricité

Les mécanismes de polarisation et les phénomènes dynamiques de la Figure (I.6) sont basés sur une hypothèse fondamentale :

Les dipôles interagissent principalement avec le champ électrique extérieur et la corrélation entre dipôles est traitée au mieux comme une perturbation. En conséquence, la permittivité diélectrique des matériaux standards est limitée au maximum à quelques dizaines. Cependant, pour une température T donnée, la probabilité pour que $\varepsilon_r - 1 = \varepsilon_r + 2$ dont la seule solution soit $\varepsilon_r = \infty$. Cette polarisation est effectivement observée dans le cas des matériaux ferroélectriques pour lesquels ε_r peut atteindre plusieurs dizaines de milliers.

a. Polarisation spontanée

Tous les modèles microscopiques expliquent ces valeurs sans égales par l'apparition dans le matériau ferroélectrique d'une polarisation spontanée résultant de l'interaction corrélée entre dipôles électriques. Cette interaction est rendue possible par le fait que chaque maille unitaire du ferroélectrique contient un dipôle électrique, ce qui assure une interaction à très longue portée de la polarisation. Cependant, il faut noter que ces fortes permittivités diélectriques s'accompagnent inévitablement d'une grande sensibilité à la température et aux autres contraintes extérieures (champ électrique, pression). Cette non linéarité à de nombreux avantages (piézoélectricité, pyroélectricité, optique non linéaire) mais elle est toujours un handicap pour la réalisation de condensateurs basés sur des matériaux ferroélectriques. Par

rapport aux diélectriques standards, le vecteur déplacement électrique d'un ferroélectrique s'écrit :

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P} + \vec{P}_s \quad (\text{I.58})$$

Où P_s est la polarisation spontanée et P la polarisation induite par le champ électrique. Dans une première approche, le comportement des matériaux ferroélectriques est bien décrit par le modèle de Landau [14]. Ce modèle phénoménologique comme toutes les théories modernes de la ferroélectricité sont basés sur le fait que l'apparition de P en dessous d'une température T_c dite critique s'accompagne d'un changement de la structure cristalline des ferroélectriques. Cela confère aux ferroélectriques des comportements très spécifiques par rapport à d'autres transitions dans lesquelles un changement structural n'est pas un prérequis (ferromagnétisme, supraconductivité). Par exemple, les effets de taille finie sont tout à fait différents dans les ferroélectriques par rapport aux autres matériaux, ce qui a des conséquences importantes pour les applications dans des dispositifs intégrés. De nombreux débats sont en cours car ces effets de taille dépendent fortement de la mise en forme (céramiques, couches minces) voire de la voie de synthèse [14, 15, 30]. À la différence des systèmes magnétiques, il est donc difficile de faire un lien direct entre l'origine intrinsèque de la polarisation ferroélectrique et la taille des grains. Pour résumer, on peut toutefois dire que les propriétés ferroélectriques (polarisation, permittivité) sont fortement altérées lorsque la taille des grains dans une céramique ou une couche mince devient inférieure à quelques centaines de nanomètres.

b. Permittivité et pertes

La figure (I.7) résume le dilemme permittivité ou pertes. Comme il a été vu précédemment, si l'on veut une grande permittivité, il faut un grand nombre d'entités fortement polarisables, elles entraîneront donc des pertes d'autant plus grandes dans un champ alternatif.

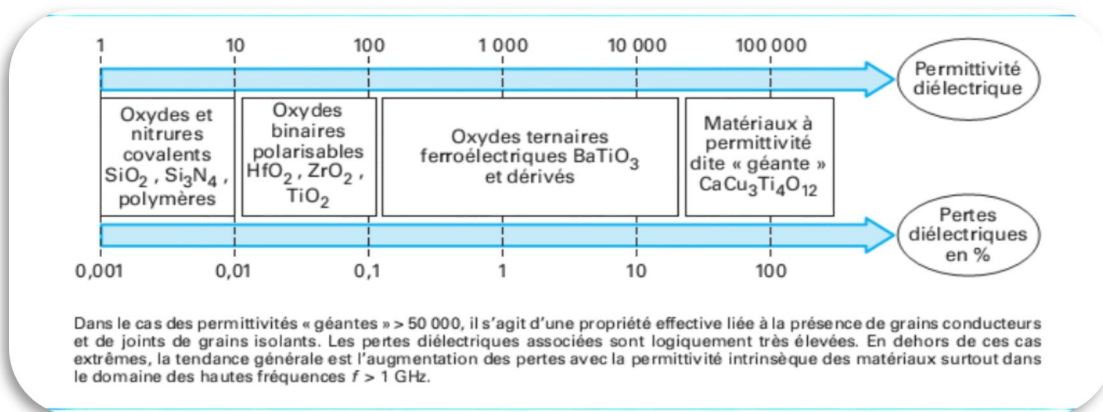


Figure (I. 9). Représentation schématique des différentes classes de matériaux diélectriques

4.2. Théorie de la percolation [31, 32]

Le terme de percolation a été introduit pour la première fois en 1956 par Broadbent et Hammersley, lors de leur étude de l'écoulement d'un fluide dans un milieu poreux. La théorie développée depuis lors, dite de la percolation, s'appuie sur des considérations statistiques pour caractériser le comportement d'un ensemble d'objets incomplètement connectés. Dans un tel système, la communication à longue distance est soit possible soit impossible selon le nombre d'objets et de contacts entre eux.

La transition entre ces deux régimes est repérée par le point où le paramètre décrivant la connectivité prend une valeur critique, qu'on appelle seuil de percolation. Ainsi, on passe d'un état de connectivité à courte distance à un état de connectivité à longue distance lors qu'on franchit cette valeur seuil, en faisant croître continûment la concentration des objets et/ou de leurs liens. Les propriétés du système changent alors brusquement en ce point, et la transition de percolation se comporte comme une transition de phase du deuxième ordre. Cette théorie, qui est désormais entrée dans le cadre connu des transitions de phases, s'est fortement développée au cours des dernières décennies, compte tenu du nombre croissant de ses domaines d'applications. On peut par exemple citer les transitions para-ferromagnétique dans les alliages magnétiques dilués, états localisés-états étendus dans les semi-conducteurs amorphes, sol gel dans les polymères, métal-supraconducteur ou isolant-conducteur dans les composites. C'est en particulier à cette dernière transition que l'on s'intéressera en deuxième partie de ce chapitre.

4.2.1. Approche phénoménologique

Les premières études de systèmes percolant sont d'abord été effectuées au moyen de Modélisations sur des réseaux réguliers infinis de géométrie quelconque. Habituellement, on considère les deux approches classiques suivantes :

a. Percolation de sites

On affecte à chaque nœud du réseau un site dont on dira qu'il est occupé (actif) avec une probabilité P_s . Chaque site ne peut être occupé qu'une seule fois et il existe une liaison entre chaque paire de sites adjacents.

b. Percolation de liens

Dans ce modèle, tous les sites sont occupés, mais les liens entre eux sont présents (actifs) avec une probabilité P_l , chaque lien ne pouvant être occupé qu'une seule fois. Dans les deux cas, on

a défini la probabilité p qu'une liaison (un site) existe (soit occupé). Pour toute valeur de p , il existe des amas des liens (sites). Ces amas peuvent être connectés entre eux et former des amas plus grands, quand p augmente. Les probabilités P_s et P_l sont indépendantes, mais il existe aussi des modèles de percolation corrélée [31, 32] pour lesquels l'état d'un lien (site) dépend de l'état des liens (sites) plus proches voisins.

c. Seuil de percolation

Le seuil de percolation est déterminé par la valeur critique $p=P_c$, sous laquelle il n'existe que des amas de taille finie. A $p = P_c$. Les amas se touchent et forment pour la première fois un réseau connecté très tortueux : c'est " l'amas infini naissant". Dans la limite des systèmes de taille infinie, cet amas percolant est unique. A $p > P_c$, il y a coexistence entre l'amas infini et des amas de taille finie. Le seuil est donc directement relié à la connectivité du système. Il est ainsi fonction du modèle de percolation utilisé (sites ou liens) et de la nature du réseau (coordination) pour une dimensionnalité donnée. D'une manière générale, P_c augmente quand la coordination (modèle de liens) ou le taux de remplissage du réseau (modèle de sites) et la dimensionnalité diminuent (voir tableau.1). La plupart des seuils ne sont connus que de manière approchée et leur calcul passe par des méthodes Mathématiques dites des séries et de ré-normalisation, ou par des simulations numériques de type Monte-Carlo.

5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons essayé de présenter les notions et formules de base nécessaire à la compréhension de l'origine de la permittivité diélectrique. Nous avons pu montrer comment un point matériel donné peut être source de polarisation et comment les différentes formes de la matière que ce soit un électron, un ion, une molécule ou un grain contribuent dans la formation de la capacité d'un matériau à emmagasiner l'énergie électrique. Nous avons aussi traité le caractère fréquentielle de la permittivité complexe en exposant le modèle de Debye et la relation entre celle-ci et la fréquence d'excitation qui dépend aussi de la nature et l'état même du milieu matériel.



Chapitre II
Propriétés diélectriques de la
matière et lois de mélanges

1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons donner quelques propriétés cristallographiques et physiques des matériaux utilisés, ainsi que les lois de mélanges les plus utilisées dans la modélisation des matériaux composites.

2. Etude cristallographique

2.1. Rappels structuraux et cristallographie géométrique

Un isolant possède peu de charges libres, elles y sont piégées, contrairement à un matériau conducteur où les charges sont nombreuses et libres de se déplacer sous l'action d'un champ électromagnétique. La faculté d'un matériau à être isolant peut aussi être expliquée par la notion de bandes d'énergie. L'isolation électrique est rattachée à une grandeur physique mesurable, la résistance, qui s'exprime en ohms. Un matériau est diélectrique s'il ne contient pas de charges électriques susceptibles de se déplacer de façon macroscopique. Autrement dit, c'est un milieu qui ne peut pas conduire le courant électrique. A ce titre, on l'appelle parfois isolant électrique. On compte parmi ces milieux le verre et de nombreux plastiques.

Malgré l'impossibilité des milieux diélectriques de conduire le courant, ils présentent de nombreuses caractéristiques électriques. En effet les atomes qui constituent le matériau peuvent présenter des dipôles électrostatiques qui sont susceptibles d'interagir avec un champ électrique. Cette interaction se traduit par la création d'une polarisation reliée à ce champ électrique, au niveau microscopique, par une polarisabilité, et au niveau macroscopique, par la susceptibilité électrique.

2.2. Matériaux ferroélectriques [48-51]

Le phénomène appelé ferroélectricité, par analogie au ferromagnétisme, a été observé pour la première fois dans le sel de Rochelle en 1920 [Valasek, 1920]. Les matériaux ferroélectriques présentent une polarisation électrique spontanée, et un cycle d'hystérésis relie la polarisation et le champ électrique. Ce comportement apparaît en dessous d'une certaine température appelée température de Curie. Au-dessus de cette température, le matériau perd son caractère ferroélectrique et montre un comportement para-électrique.

2.2.1. Aspects cristallographiques de la ferroélectricité

Pour rendre compte des propriétés macroscopiques des cristaux, ceux-ci peuvent être classés, en supprimant les translations fractionnaires, en 32 groupes ponctuels. La figure 1 représente la classification des ferroélectriques parmi les 32 groupes ponctuels.

Dans cette classification, 11 groupes ponctuels possèdent un centre de symétrie et sont par conséquent non polaires. En effet, lors de l'application d'une contrainte sur le cristal, le déplacement induit est distribué symétriquement autour du centre de symétrie, si bien qu'il en résulte une compensation totale des déplacements relatifs. L'application d'un champ électrique sur ce type de matériau induit une déformation qui demeure inchangée si on inverse le sens de ce champ électrique. Cet effet est appelé l'électrostriction et concerne tous les matériaux qu'ils soient cristallins ou amorphes.

Parmi les 21 groupes ponctuels ne possédant pas de centre de symétrie, 20 sont piézoélectriques, c'est à dire qu'il est possible d'induire une polarisation au sein de ces matériaux sous l'effet d'une contrainte, et inversement. Parmi ces classes piézoélectriques, 10 possèdent un axe polaire unique et peuvent donc présenter une polarisation spontanée le long de cet axe privilégié. Cette polarisation spontanée est généralement dépendante de la température et ces matériaux sont appelés pyroélectriques.

Enfin, parmi les matériaux pyroélectriques, un sous- groupe possède la particularité de présenter une polarisation spontanée pouvant être modifiée et renversée par l'application d'un champ électrique. Ce sont les matériaux ferroélectriques [Jona, 1962], [Lines, 1977].

a- Structure de type pérovskite [48-51]

La pérovskite est un minéral naturel de composition CaTiO_3 . Par extension, on désigne sous la dénomination générique de pérovskite un nombre considérable d'oxydes mixtes représentés conventionnellement sous la formule chimique ABO_3 .

La maille prototype contient une seule molécule ABO_3 où A représenté un cation de grand rayon avec un nombre de proches voisins oxygène ou nombre de coordination égal à 12 (ex : Ba, Ca, Pb, Rb, Sr, Na, K, etc.) et B un cation de rayon plus faible, de charge plus importante avec un nombre de coordination 6 (ex : Ti, Sn, W, Zr, Nb, Ta, etc.). O est l'ion d'oxygène (ou le fluor).

La structure pérovskite idéale présente une maille cubique simple de groupe d'espace $\text{Pm}\bar{3}\text{m}$ où les atomes A occupent les sommets du cube, les atomes B le centre et les atomes d'oxygène O les faces ou bien la structure où les atomes A occupent le centre du cube, les atomes B les sommets et les atomes d'oxygènes la moitié des arrêtes du cube Figures (II.1.a, II.1.b)

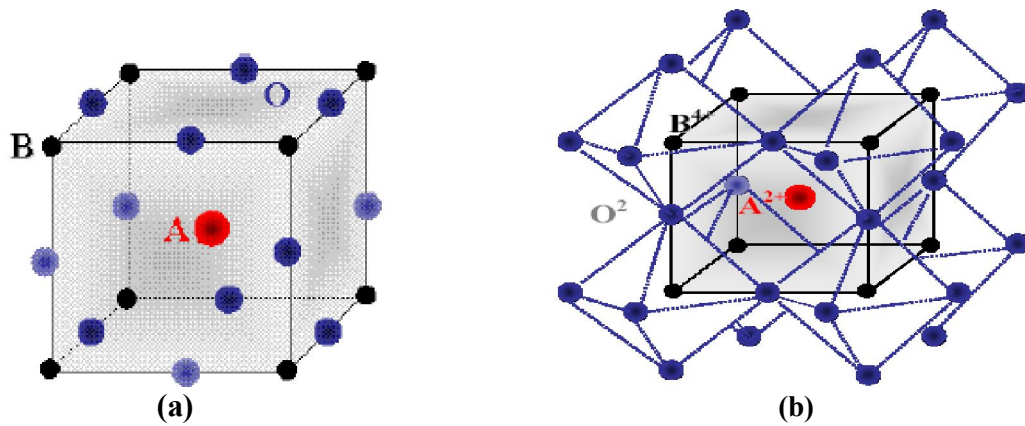
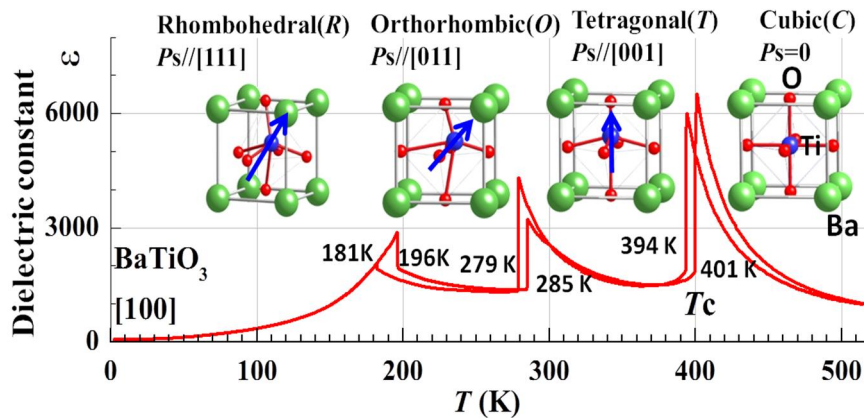


Figure (II. 1) (a), (b) Structures pérovskite

b. Ferroélectricité [48-51]

Un cristal ferroélectrique possède un moment dipolaire électrique même en l'absence d'un champ électrique extérieur. Lorsqu'un matériau est dans l'état ferroélectrique, le centre de gravité des charges négatives ne correspond pas au centre de gravité des charges positives Figure (II.2).(a). La courbe de polarisation du matériau présente alors un cycle d'hystérésis, signature de l'état ferroélectrique Figure (II.2).(b). La ferroélectricité disparaît au-dessus d'une certaine température appelée température de Curie, par analogie au ferromagnétisme. Au-dessus de cette température de transition, le matériau ne possède pas de polarisation spontanée, il est dans l'état para-électrique. L'évolution de la polarisation est alors linéaire avec le champ électrique appliqué Figure (II.2).(c).

Le constant diélectrique obéit à la loi de Curie-Weiss: $\epsilon(T) = \frac{C}{T-T_0}$ pour ($T > T_0$)



Figure(II. 2) .(a). Effet de la température sur la permittivité et sur la structure pérovskite

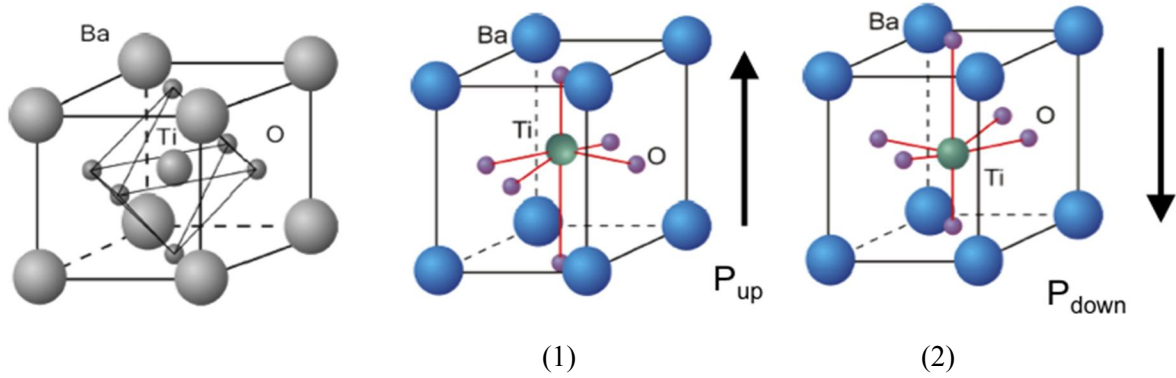


Figure (II.2).(b) : Maille pérovskite : (1) phase ferroélectrique et (2) phase para-électrique.

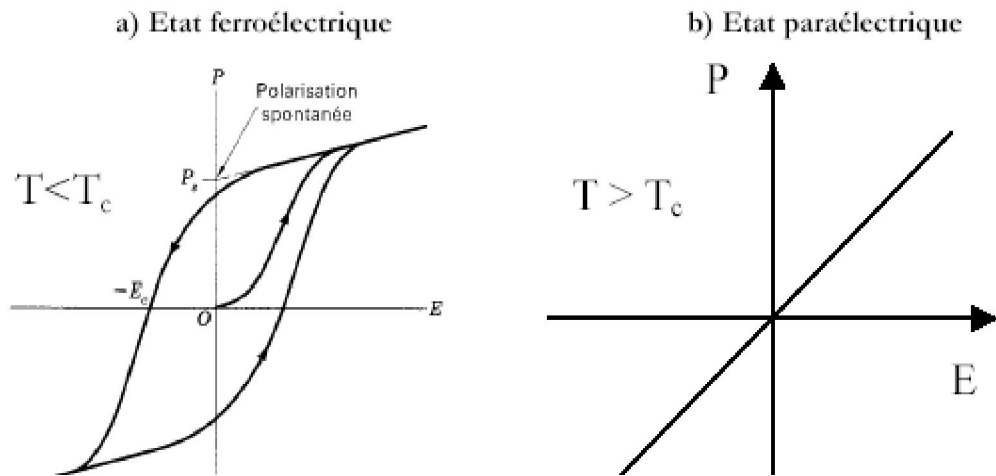


Figure (II.2).(c) : Courbe de polarisation en fonction du champ électrique appliqué dans un matériau ferroélectrique, a) dans l'état ferroélectrique et b) dans l'état para-électrique.

L'origine du comportement ferroélectrique n'est pas encore totalement élucidée. Par exemple, le fait que des matériaux de même structure mais chimiquement différents, tels BaTiO_3 et SrTiO_3 , présentent des comportements ferroélectriques très différents n'est pas complètement compris.

La grande sensibilité des ferroélectriques à la chimie, aux défauts, aux conditions électriques aux frontières et à la pression provient de la compétition entre les forces coulombiennes à longue distance (qui favorisent l'état ferroélectrique) et les forces répulsives à courte distance (qui favorisent la structure cubique non polaire) Figure (II.2).(d).

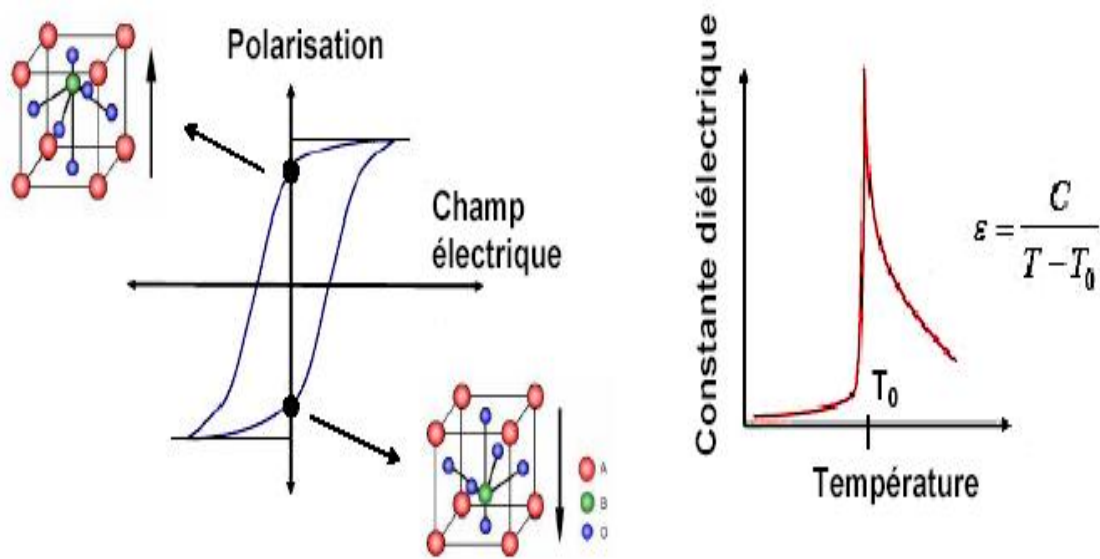


Figure (II.2).(d). Effet de la polarisation sur la structure cristalline pérovskite

2.3. Applications des matériaux ferroélectriques

Les matériaux ferroélectriques possèdent de nombreuses propriétés physiques très attractives [35-50]. Ils sont tout d'abord piézoélectriques. L'effet piézoélectrique se caractérise par des charges spontanées induites par des contraintes mécaniques.

L'effet inverse peut être exploité avec une génération de forces élevées pour de faibles tensions appliquées. Ces matériaux peuvent donc être exploités comme transducteurs de déplacement ou comme déclencheurs. Les domaines d'application des MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems) sont actuellement en plein essor. Les MEMS sont principalement utilisés dans l'automobile comme transducteurs de déplacement (airbags, systèmes d'aide au pilotage), mais ils pourraient prochainement faire leur apparition dans d'autres objets de la vie courante, tels les téléphones portables, pour créer des interfaces "intuitives" basées sur les mouvements de la main.

Les oxydes ferroélectriques sont également à la base de dispositifs électro-optiques tels que les modulateurs rapides (>20 GHz), des dispositifs de filtres couleurs, des écrans, des systèmes de stockage d'images ou des commutateurs optiques. La possibilité d'alterner la direction de polarisation des matériaux ferroélectriques entre deux états stables de polarisation permet de créer des mémoires ferroélectriques non volatiles à accès aléatoire basées sur un code binaire (NVFRAMs).

La vitesse de retournement des domaines ferroélectriques permet de créer des mémoires dont la vitesse d'accès est de l'ordre de la nanoseconde. Les deux principaux candidats pour de telles

applications sont les composés $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$ et $SrBi_2Ta_2O_9$. Les matériaux ferroélectriques possèdent en général une forte permittivité ϵ , qui peut être utilisée pour stocker de l'information sous forme de charge. Ces matériaux pourraient donc être utilisés dans les DRAMs (Dynamic Random-Access Memories). Pour ces applications, la polarisation du film mince doit être proportionnelle au champ appliqué.

2.3.1. Etude Cristallographique du $BaTiO_3$ [50]

Les ferroélectriques de type ABO_3 Figure (II.3) ont une structure Pérovskites, ont été largement utilisées dans l'industrie en microélectronique due à leurs constantes diélectriques élevés. Là l'exemple le plus important des ferroélectriques est le $BaTiO_3$ [50-51]. Le titanate de baryum, présente à la température ambiante une structure tétragonale. Les vecteurs primitifs correspondants aux axes cristallins sont :

a (en Å°)	b(en Å°)	c (en Å°)	Volume (en Å°^3)
3.9988	3.9988	4.01808	V=64.2813

Avec $Z=1$, ou Z représente le nombre de motifs élémentaires dans la maille. Les ions de Ba^{2+} occupent les sommets du cube et l'ion Ti^{4+} le centre, les oxygènes occupent les centres des faces. L'ion Ba^{2+} y entouré de douze oxygènes tandis que l'atome de titane est lié à six oxygène. Sa coordinence est octaédrique de même que l'oxygène qui est lié à quatre cations Ba^{2+} et deux cations Ti^{4+} Figure (II.3).

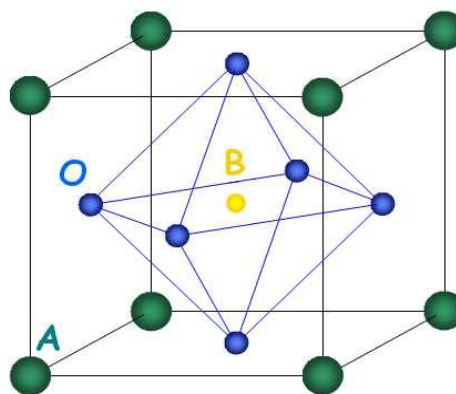


Figure (II.3). Structure Pérovskite

2.3. L'oxyde de cuivre (Cuprite)

Le nom "cuprite" d'oxyde cuivreux Cu_2O vient du latin "cuprum", qui signifie cuivre. Les anciens mineurs l'appelaient "Ruby Copper". Cuprite minéral a été un majeur minéral de cuivre

et reste encore dans de nombreux endroits à travers le monde. De tous les minerais de cuivre, à l'exception du cuivre natif, la cuprite donne le plus grand rendement de cuivre par molécule puisqu'il n'y a qu'un atome d'oxygène pour deux atomes de cuivre. En tant que spécimen minéral, la cuprite montre de beaux exemples développés de formes cristallines cubiques. Les habituelles formes cristallines comprennent le cube, l'octaèdre, le dodécaèdre et les combinaisons de ces formes.

La couleur de Cuprite est rouge à un rouge foncé qui peut apparaître presque noir. Les cristaux foncés montrent des reflets internes du vrai rouge foncé à l'intérieur du cristal presque noir. D'autres variétés, telles que la chalcotrichite, forment de longs cristaux semblables à des aiguilles qui ont une belle couleur rouge et un éclat particulier qui en font des spécimens d'étalage populaires.

La cuprite (ou oxyde cuivreux) est le matériau le plus ancien semi-conducteur dans l'électronique. Il a fait l'objet de nombreuses études théoriques et expérimentales, mais ses structures électroniques et atomiques continuent de faire attraction aux chercheurs. De nouvelles applications de Cu_2O en nanoélectronique, en spintronique et en photovoltaïque intégrés.

2.3.1. Structure cristallographique du Cu_2O [52-54]

Cuprite cristallise dans une structure cubique simple qui peut être vue comme deux sous-réseaux, un sous-réseau cubique (cfc) face centrée de cations de cuivre et un sous-réseau cubique centré (cc) d'anions d'oxygène.

Les atomes d'oxygène occupent des positions interstitielles tétraédriques par rapport au sous-réseau de cuivre, voir la Figure (II.4), de sorte que l'oxygène est coordonné tétraédrique par le cuivre, alors que le cuivre est coordonné linéairement par deux oxygènes voisins. Ces faibles nombres de coordination sont très inhabituels pour les oxydes métalliques (seulement par deux autres substances, Ag_2O et Pb_2O , avoir cette structure cristalline).

De plus, une courte longueur de liaison cuivre-oxygène dans Cu_2O est inhabituelle, voir le tableau (II.1), elle n'est pas compatible avec la somme de n'importe quelle paire de rayons ioniques pour Cu^+ et O_2^- donnée dans la littérature.

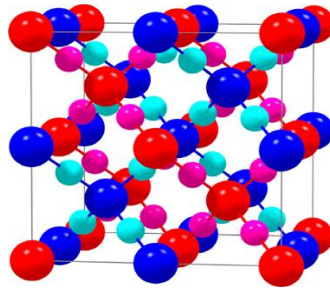


Figure (II.4). Représentation de la structure cristalline de Cuprite (Cu_2O), où les cations de cuivre linéairement coordonnés sont montrés comme de petites boules et des anions d'oxygène coordonnés tétraédrique comme de grandes boules.

Le tableau (II.1) résume les paramètres de maille ainsi que les distances interatomiques.

Tableau (II. 1). Paramètres Cristallographiques de l'oxyde de cuivre selon Wells (1984) and Asbrink and Norrby (1970).

	Cu_2O	CuO
Maille	Cubique	Monoclinique
Paramètres de maille	$a= 4.27 \text{ \AA}$	$a= 4.6837 \text{ \AA}$
		$b= 3.4226 \text{ \AA}$
		$c= 5.1288 \text{ \AA}$
		$\beta= 99.54^\circ$
Distances minimales		
$d_{\text{Cu-O}}$	1.84 \AA	1.95 \AA
$d_{\text{O-O}}$	3.68 \AA	2.62 \AA
$d_{\text{Cu-Cu}}$	3.02 \AA	2.90 \AA

2.3.2. Structure électronique [52-54]

Les bandes d'énergie des électrons de Cu_2O ont été largement étudiées, principalement en raison de son spectre exciton inhabituel. Série de transitions d'excitons, commençant par une ligne interdite. Il y a d'autres aspects de la structure électronique de la cuprite qui sont intéressants d'un point de vue théorique.

Par exemple, la symétrie non cubique de la coordination locale des cations Cu dans ce composé provoque un gradient de champ électrique non nul sur les noyaux de Cu, ce qui est assez rare pour les structures cubiques. Puisque la structure cristalline de la cupule combine une symétrie globale élevée avec une faible symétrie de la coordination locale, elle a également été utilisée

comme système de référence pour tester les codes informatiques pour les calculs de structure électronique. Dans cette section, nous nous concentrerons principalement sur les résultats de ces études, qui sont liés à la nature de la liaison chimique de la cuprite.

2.4. Les résines époxydes

On distingue plusieurs types de résines : les résines époxydes (EPO) et les résines polyuréthanes (PU) et autres types, classées par applications. Dans ce qui suit, nous présentons sommairement les deux résines PU et EPO qui est utilisée dans la fabrication de nos échantillons.

2.4.1. Composition

La chimie des résines est spécifique à l'emploi pour lesquelles elles sont conçues. Néanmoins, les résines époxy sont toujours exclusivement composées d'une base résine et d'un catalyseur chimique, qui, mis en contact sous certaines proportions avec la base, produira une catalyse et un durcissement (plus ou moins long suivant la dose de catalyseur adjoint) irréversible du matériau.

Les résines polyuréthanes sont composées de deux bases chimiques (Polyol et Isocyanate) qui mises en contact l'une de l'autre suivant des proportions précises, génèrent une réticulation, donc un durcissement, par thixotropie (élévation de la température en rapport avec la masse et évacuation de certaines quantités d'oxygène) irréversible. Contrairement aux résines époxy qui nécessitent une mise en œuvre compliquée si on désire obtenir un matériau spécifique (caractéristiques mécaniques, résistance à certains facteurs, etc.). Les résines PU, sont déjà spécifiquement formulées et classées en types ou sous types précis. Certains types de résines PU sont formulés afin de reproduire des thermoplastiques courants (ABS, PP, PC, PS choc, etc.)

2.4.2. Types de résines

Il existe donc sur le marché, deux types de résines, les résines époxy, ainsi que les résines polyuréthanes. Globalement, le principe de la résine pour sol se présente comme étant la rencontre de la base, de la résine et enfin du durcisseur qui va donc vous donner un ensemble tout à fait rigide. Une application qui nécessite bien évidemment une préparation du sol et doit respecter quelques instructions de pose, comme la température ambiante, l'humidité ou encore la luminosité.

a-Résine époxy

La résine époxy, qui est considérée par les professionnels comme la référence des résines. Elle possède tout d'abord une excellente résistance mécanique et de très grandes possibilités en

termes de personnalisation, en y ajoutant des pigments de couleurs pouvant donner lieu à un nuancier. À savoir que l'ajout de charges minérales et de toutes sortes d'additifs peut influencer la résistance ainsi que les propriétés de la résine elle-même.

Son principal composant est donc le bisphénol A, qui peut parfois être combiné à du bisphénol F dans le but d'obtenir une meilleure résistance. Du côté des durcisseurs, le plus utilisé l'amine cyclo aliphatique.

b- La résine polyuréthane

La résine polyuréthane, qui elles sont présentées comme plus souple et plus polyvalente. Certes, il s'agit là d'une solution moins économique, mais qui aura pour avantage de présenter une plus grande polyvalence. Sa base est donc composée de polyols ou polyalcools synthétiques, d'un squelette en polyéther et d'un durcisseur appelé iso cyanate, qui est le plus courant et très fréquent. Son principal avantage est la flexibilité, mais tout en restant dure grâce à la résine.

2.4.3. Mise en œuvre

Les résines EPO, sont difficilement " coullables ", leur prise étant très rapide en masse et leur viscosité trop élevée. Leur emploi est limité à la stratification des fibres de verre et assimilés, fibres de carbone, de pièces de structure, de pièces de " peau " (Radômes, plaques, caisse ou aile de voiture, etc.). Les résines PU offrent d'immenses facilités de moulage et une qualité de reproduction extrême. La mise en œuvre est aisée avec de faibles moyens. Leur retrait, quoique négligeable pour les coulées en faible épaisseur, doit être pris en compte dès lors que la masse dépasse les 10 à 15 mm, à la plus forte épaisseur. Au-delà, de la " charge " doit être ajoutée. (De 0.2 à 2 % au mètre linéaire suivant les produits). Elles peuvent être chargées avec un grand nombre de matériaux, allant de la fibre de verre aux poudres de métal (fonte, acier, etc.), poudres minérales, agents d'inhibition ou agents à caractéristiques particulières. En conséquence, une charge appropriée de produit adapté doit être ajoutée à la résine de base, avant que le mélange et coulée. (Par ex. dans la part de résine la plus fluide) Elles offrent une large gamme de duretés et de caractéristiques mécaniques.

3. Lois de mélanges [15, 29, 55-63]

3.1. Le mélange

Le mélange des solides divisés (poudres, milieux granulaires) est une opération clé pour de nombreux domaines industriels (pharmacie, agro-alimentaire, ciments, matières plastiques. . .). Réglant l'homogénéité de composition à l'échelle requise, qui est souvent celle du conditionnement, elle est en effet la première responsable de l'atteinte des spécifications et

propriétés d'usage des produits formulés. Mais la notion d'homogénéité d'un mélange de solides, indissociable de celles d'échelles d'observation et de ségrégation, reste difficile à atteindre par la mesure.

Dans la plupart des cas, on doit en effet avoir recours à une estimation par le biais du prélèvement d'échantillons, ce qui pose des problèmes d'ordres techniques et statistiques. Le développement actuel de méthodes de mesures en ligne, non intrusives, devrait toutefois permettre prochainement une meilleure définition, et un meilleur contrôle, de l'homogénéité. L'atteinte d'une certaine qualité de mélange est essentiellement due à des aspects dynamiques, eux-mêmes liés aux mécanismes qui président à la mise en mouvement des particules : convection, cisaillement et diffusion.

Ces mécanismes sont le fait, non seulement des propriétés d'écoulement des produits, mais aussi des possibilités technologiques des appareils de mélange. De ce point de vue, les mélangeurs utilisés dans l'industrie sont de trois principaux types, selon que l'agitation est produite par un mobile interne (mélangeurs convectifs), par la mise en rotation de la cuve (mélangeurs à tambour), ou bien encore par le propre écoulement du matériau (mélangeurs statiques). On peut employer aussi bien des procédés de mélange en continu qu'en discontinu, le choix s'effectuant selon les contraintes de production et l'usage des différents secteurs d'activité.

Comme c'est le cas pour d'autres opérations unitaires mettant en jeu des solides divisés, les connaissances scientifiques de base font encore défaut pour expliciter clairement la phénoménologie du mélange, ceci étant probablement le fait de la nature mésoscopique de ces milieux et notamment du manque de modèles pour décrire ces milieux à cette échelle. Dans le cadre d'une approche systémique de cette opération et donc macroscopique, puisqu'à l'échelle du réacteur, il est cependant possible de prendre en compte certains aspects dynamiques classiques en Génie des Procédés (cinétique de mélange, Distribution des Temps de Séjour, puissance consommée, etc.) et de modéliser globalement l'opération. Enfin, il est nécessaire de considérer que la notion de qualité de mélange doit être intégrée au niveau de l'ensemble d'un procédé, la présence d'étapes induisant la ségrégation (transports, stockages) pouvant faire évoluer l'homogénéité d'un mélange au-delà du mélangeur.

3.2. Aspects du mélange

Le mélange des poudres diffère du mélange des liquides par quatre aspects [12] :

- Il n'y a pas de mouvement relatif des particules solides comme pour les liquides ou les gaz sans apport d'énergie. La vitesse d'homogénéisation des poudres ne dépend que des

propriétés d'écoulement des particules et des conditions opératoires imposées extérieurement.

- Bien que les molécules d'un système liquide monophasé puissent être différentes et diffuser à des vitesses différentes, elles atteindront toujours un état de mélange parfait dans un temps plus ou moins long. L'homogénéisation de solides est toujours accompagnée d'un processus de démixtion appelé ségrégation qui ne permet souvent pas l'obtention d'un mélange parfait. L'état final d'un mélange est un équilibre réversible entre un processus d'homogénéisation et un de démixtion. Ce phénomène de ségrégation est particulier dans le cas des solides et peut être induit par l'agitation.
- Enfin, la taille d'une particule solide est toujours largement plus élevée que n'importe quelle molécule de liquide ou de gaz. Ce qui ajoute un ensemble de phénomènes au niveau mésoscopique que l'on ne sait actuellement pas encore bien décrire.
- Une fois les particules mises en mouvement, elles peuvent aussi bien se mélanger que ségréger selon le mouvement imposé au système et les caractéristiques des constituants.

Par opposition au mélange de liquides ou de gaz, un mélange de poudre n'est jamais dans un état irréversible et tout mouvement peut entraîner un déplacement de l'équilibre ségrégation/mélange. Ce dernier point est primordial dans toute manutention de mélange de poudre. Ainsi, pour des solides, l'attention ne doit pas seulement porter sur le dimensionnement du mélangeur mais aussi sur la chaîne de production entière, les étapes de transport, de chargement, de vidange et de stockage comprises, afin de minimiser les risques de ségrégation.

Les phénomènes de mélange et de ségrégation des poudres étant intimement liés entre eux ainsi qu'aux propriétés physiques des constituants, une étude des mécanismes de ce processus dans le système étudié s'impose afin d'optimiser la qualité d'un mélange.

Ainsi, le phénomène de ségrégation est extrêmement lié aux propriétés d'écoulement des particules :

Une poudre qui ne s'écoule pas bien ne ségrége pas. Par contre, une poudre qui s'écoule très bien aura tendance à ségréger. Ces considérations sont essentielles dans le choix et le dimensionnement des mélangeurs.

3.3. Mécanismes de mélange

On distingue trois catégories de mécanismes de mélange :

3.2.1. Mélange par diffusion

Il s'agit d'un déplacement individuel des particules initié par des chocs et aboutissant à une redistribution individuelle des particules. Ce mécanisme est donc assez lent. Le terme « diffusion », par analogie avec le terme de diffusion moléculaire, est un peu impropre car dans le cas des poudres un apport d'énergie est indispensable.

3.2.2. Mélange par convection

Dans ce cas, un ensemble de particules est mis en mouvement par un mobile au sein du mélangeur. Ceci nécessite le plus souvent l'intervention d'une force extérieure telle qu'une pale d'agitation pour amener une forte énergie au solide divisé.

3.2.3. Mélange par cisaillement

Dans ce cas, apparaissent des plans de glissement de couches de particules dans le mélange sous une action mécanique. Le mouvement relatif de ces plans implique un brassage des particules avec une efficacité intermédiaire entre les deux mécanismes précédents. Il est souvent difficile de dissocier ces trois mécanismes. La prépondérance de l'un ou l'autre de ces mécanismes est imposée par le type de mélangeur utilisé mais aussi par la nature des particules. Le mélangeur privilégie un mécanisme selon son action mécanique. Seules des notions qualitatives peuvent être émises pour évaluer l'action des caractéristiques des poudres sur le type de mécanisme.

3.4. Matériau hétérogène [32-51]

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

$$P = \frac{V_{\text{grain}}}{V_{\text{Agrégat}}} \quad (\text{II.1})$$

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

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

En général, deux sortes possibles de mélanges seront distinguées.

3.4.1. Mélanges du premier type

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

3.4.2. Mélange du deuxième type

L'un des constituants forme un milieu homogène et continu dans lequel baignent les grains de l'autre. En fin il faut que le mélange (matériau hétérogène) soit une juxtaposition, c'est à dire qu'il y a pas de réactions physico-chimiques particulières entre les grains qui seront sur le plan macroscopique en très grandes quantités pour les deux espèces. Une loi des mélanges généralisés ne peut donc être à priori élaborée pour traduire le comportement diélectrique de ces matériaux : des hypothèses simplificatrices sont généralement faites pour aborder ce problème d'où l'existence de différentes théories et lois de mélange dont on va exposer ici quelques-unes.

3.5. Lois de mélanges [14,15, 29, 36-51]

La modélisation diélectrique des mélanges est un outil mathématique qui permet la prédiction de la constante diélectrique d'un mélange à partir des paramètres de ses constituants. Dans la littérature scientifique spécialisée, on peut trouver plusieurs modèles et lois qui traitent ce sujet selon des considérations parfois différentes ; il y a ceux qui tiennent compte de l'aspect géométrique ou granulaire des inclusions, de la manière de leur dispersion dans le milieu hôte ou encore de la nature physique du mélange lui-même (gaz, liquide ou solide). La majorité de ces modèles nécessitent cependant un paramètre caractéristique de n'importe quel mélange et qui est : les fractions volumiques des différentes phases.

Dans une loi de mélange la constante diélectrique d'un composite est exprimée souvent par les permittivités de chaque constituant et par sa fraction volumique. Une multitude de lois existe, nous nous contentons les plus utilisées.

3.5.1. Le modèle de Rayleigh

Ce modèle est donné par l'expression :

$$\frac{\varepsilon_m - 1}{\varepsilon_m + 2} = \sum_{i=1}^n f_i \frac{\varepsilon_i - 1}{\varepsilon_i + 2} \quad (\text{II.2})$$

ε_m : représente la constante diélectrique du mélange.

ε_i : représente la constante diélectrique du $i^{\text{ème}}$ constituant.

f_i : représente la fraction volumique du $i^{\text{ème}}$ constituant.

3.5.2. Le modèle de Böttcher

L'équation proposée par Böttcher est destinée à calculer la constante diélectrique d'un mélange binaire est donnée par :

$$f_1 \cdot \frac{\varepsilon_1 - \varepsilon_m}{\varepsilon_1 + 2\varepsilon_m} + f_2 \cdot \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_m}{\varepsilon_2 + 2\varepsilon_m} = 0 \quad (\text{II.3})$$

Les inclusions pour ce modèle sont supposées sphériques. Boersma et Van Turnhout ont proposé une forme générale de l'équation de Böttcher pour un système multi-phases, donnée par :

$$\sum_{i=1}^n f_i \frac{\varepsilon_i - \varepsilon_m}{\varepsilon_i + 2\varepsilon_m} = 0 \quad (\text{II.4})$$

3.5.3. Modèle de Berentsveig

Le modèle proposée par Berentsveig a prouvé son efficacité pour la caractérisation large bande (de 1 à 10 GHz) pour un composite "Sandy Clays". Il est exprimé par la relation :

$$\varepsilon_m = \bar{\varepsilon} + \frac{\sum_{i=1}^n f_i \frac{\varepsilon_i - \bar{\varepsilon}}{\varepsilon_i + 2\bar{\varepsilon}}}{\sum_{i=1}^n f_i \frac{1}{\varepsilon_i + 2\bar{\varepsilon}}} \quad (\text{II.5})$$

$\bar{\varepsilon}$ est la permittivité moyenne définie par : $\bar{\varepsilon} = \sum_{i=1}^n f_i \varepsilon_i$. Une autre forme de ce modèle est donnée par l'équation :

$$\sum_{i=1}^n f_i \frac{\varepsilon_i - \varepsilon_m}{\varepsilon_i + 2\bar{\varepsilon}} = 0 \quad (\text{II.6})$$

Elle ressemble au modèle de Böttcher généralisé, mais dans cette forme ε_m est remplacé par $\bar{\varepsilon}$ dans le dénominateur.

3.5.4. La loi de Wiener

Wiener a proposé un modèle de description de la permittivité effective d'un composite à n constituants donné par :

$$\varepsilon_m^c = \sum_{i=1}^n f_i \varepsilon_i^c \quad (\text{II.7})$$

On remarque l'introduction d'un paramètre noté c appelé facteur de forme ou facteur de dépolarisation. Ce paramètre est compris entre -1 et $+1$.

Deux cas limites se présentent :

$c = -1$: Dans ce cas, le modèle décrit la constante diélectrique d'un composite formé par n couches disposées en série entre deux armatures planes d'un condensateur Figure (II.5). (a). C'est le modèle indirect de Wiener.

$c = 1$: Dans ce cas, le modèle décrit la constante diélectrique d'un composite formé par n couches disposées en parallèle entre deux armatures planes d'un condensateur Figure (II.5).(b). C'est modèle direct de Wiener.

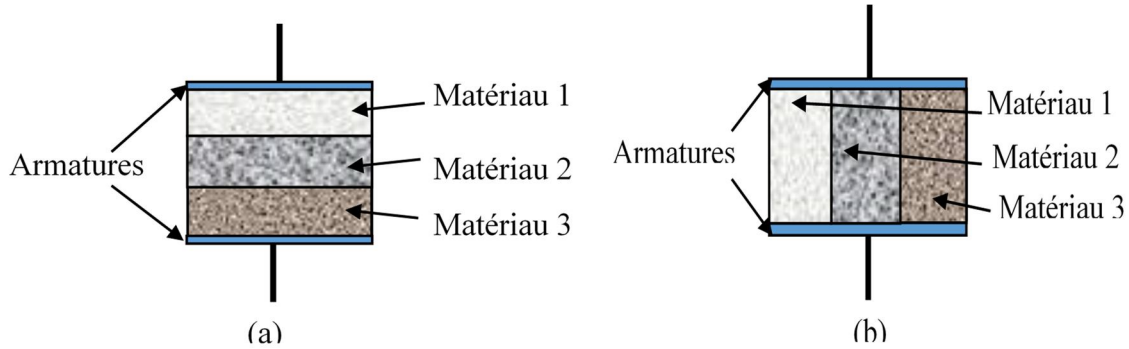


Figure (II.5). Schématisation des cas extrêmes du modèle de Wiener pour un composite ternaire.

3.5.5. Modèle de Lichtenecker-Rother

Lichtenecker et Rother ont proposé un modèle mathématique pour la détermination du constant diélectrique d'un mélange composé de n constituants (1924). Ce modèle est donné par [29] :

$$\varepsilon_m^c = \sum_{i=1}^n f_i \varepsilon_i^c \quad (\text{II.7})$$

A partir de cette forme générale de Wiener, Lichtenecker a établi sa loi logarithmique donnée par l'expression :

$$\ln(\varepsilon) = \sum_{i=1}^n f_i \ln(\varepsilon_i) \quad (\text{II.8})$$

Cette forme a prouvé sa validité dans plusieurs travaux et pour plusieurs types de matériaux [29-51].

Si on part de la formule pour deux constituants :

$$\ln(\varepsilon) = V_1 \cdot \ln(\varepsilon_1) + V_2 \cdot \ln(\varepsilon_2) \quad (\text{II.9})$$

Où ε représente la valeur effective de la permittivité du mélange. On peut donc considérer ce nouveau mélange comme étant un seul matériau caractérisé par ε . Si on ajoute à celui-ci un autre constituant ayant une permittivité ε_3 , la loi binaire de Lichtenecker reste valable, et on écrit alors :

$$\ln(\varepsilon_m) = V \cdot \ln(\varepsilon) + V_3 \cdot \ln(\varepsilon_3) \quad (\text{II.10})$$

Où ε_m représente dans ce cas la permittivité effective du nouveau matériau.

Puisque :

$$\ln(\varepsilon) = V_1 \cdot \ln(\varepsilon_1) + V_2 \cdot \ln(\varepsilon_2)$$

On peut développer :

$$\ln(\varepsilon_m) = V \cdot (V_1 \cdot \ln(\varepsilon_1) + V_2 \cdot \ln(\varepsilon_2)) + V_3 \cdot \ln(\varepsilon_3) \quad (\text{II.11})$$

Avec toujours :

$$V_1 + V_2 = 1 \text{ et } V + V_3$$

on aura enfin :

$$\ln(\varepsilon_m) = f_1 \cdot \ln(\varepsilon_1) + f_2 \cdot \ln(\varepsilon_2) + f_3 \cdot \ln(\varepsilon_3) \quad (\text{II.12})$$

Où :

$$f_1 = V \cdot V_1, \quad f_2 = V \cdot V_2 \text{ et } f_3 = V_3$$

Cette formule exprime la permittivité du mélange ternaire à partir des paramètres de chacun de ses constituants.

3.5.6. La méthode de l'index de réfraction complexe [41]

En 1974, Birchak proposa la méthode dite CRIM (Complex Refractive Index Method) pour le calcul de la permittivité diélectrique d'un mélange binaire, en supposant que la taille des inclusions est assez petite devant la longueur d'onde. Cette méthode est donnée par la formule :

$$\sqrt{\varepsilon_m} = f_1 \sqrt{\varepsilon_1} + f_2 \cdot \sqrt{\varepsilon_2} \quad (\text{II.13})$$

Pour le cas d'un système multi-phases, Wharton avait proposé une formule généralisée :

$$\sqrt{\varepsilon_m} = \sum_{i=1}^n f_i \sqrt{\varepsilon_i} \quad (\text{II.14})$$

Ce modèle est un cas spécial de la loi de Lichtenecker-Rother lorsque $c = 0.5$.

3.5.7. Le modèle de Bruggeman-Hanai

Un des modèles les plus utilisé est celui de Bruggeman-Hanai, donné par la relation :

$$\frac{\varepsilon_m - \varepsilon_i}{\varepsilon_h - \varepsilon_i} \left(\frac{\varepsilon_h}{\varepsilon_m} \right)^{\frac{1}{3}} = 1 - f_i \quad (\text{II.15})$$

ε_h et ε_i représentent respectivement les constantes diélectriques du milieu hôte et des inclusions.

Ce modèle a prouvé son efficacité dans plusieurs travaux publiés. Une forme générale fût donner par Sen en introduisant un facteur de dépolarisation noté L, et qui varie de 0 à +1[15]:

$$\frac{\varepsilon_m - \varepsilon_i}{\varepsilon_h - \varepsilon_i} \left(\frac{\varepsilon_h}{\varepsilon_m} \right)^L = 1 - f_i \quad (\text{II.16})$$

Lorsque $L = 0$, le modèle devient celui de Lichtenecker-Rother pour $c = 1$. Lorsque $L = 1$, il devient celui de Lichtenecker-Rother pour $c = -1$. Sherman [32] a estimé que ce paramètre dépend essentiellement de la porosité, de la conductivité et de la valeur de la matrice hôte utilisée.

3.5.8. Modèle de Looyenga

Looyenga démarre des constatations de Van Beek, qui remarquait que les formules de Bruggeman et Bötcher, respectivement, donnent approximativement les mêmes résultats malgré leurs origines et leurs formes différentes. Looyenga considère alors une sphère de rayon a contenant un mélange de constante diélectrique $(\varepsilon_m - \Delta \varepsilon)$ et de fraction volumique $(1 - f)$, où à son centre, sont ajoutées des petites particules occupant une sphère de rayon b de constante diélectrique $(\varepsilon_m + \Delta \varepsilon)$ et de fraction volumique p . la constante diélectrique du mélange obtenu est alors ε_m .

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

$$f = \frac{\varepsilon_m^{1/3} - \varepsilon_1^{1/3}}{\varepsilon_2^{1/3} - \varepsilon_1^{1/3}} \quad (\text{II.18})$$

qui peut s'écrire aussi sous la forme suivante :

$$\varepsilon_m^{1/3} = (1 - f)\varepsilon_1^{1/3} - f\varepsilon_2^{1/3} \quad (\text{II.19})$$

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

3.5.9. Loi de Maxwell-Garnett [63]

La loi de Maxwell-Garnett a été appliquée essentiellement sur des composites à base d'inclusions métalliques encapsulées dans une matrice isolante et pour un faible taux de remplissage (concentration). Par la suite, elle a prouvé sa validité sans restrictions pour tout type de composite. Cette loi est donnée par l'expression :

$$\varepsilon = \varepsilon_m + 3f\varepsilon_m \frac{\varepsilon_i - \varepsilon_m}{\varepsilon_i + 2\varepsilon_m - f(\varepsilon_i - \varepsilon_m)} \quad (\text{II.20})$$

3.5.10. Loi de de Bottreau [64]

Certaines composites diélectriques qui présentent le phénomène de percolation ou ayant une structure granulaire non sphériques ; ne répondaient pas à la loi de Lichtenecker, pour cette

raison, Bottreau a fait une représentation graphique du logarithme de la permittivité en fonction non pas de la fraction volumique de la charge, mais en fonction de son logarithme d'une part et de celui de la matrice d'autre part, il a basé sur de très nombreuses mesures, il a d'abord proposé de prendre $\text{Ln}V_i$, comme origine, avec V_i est la fraction volumique de la charge au point d'inflexion. Les courbes obtenues s'apparentent à des tangentes hyperboliques à la condition d'utiliser d'une part, dans le premier cas $\text{Ln}(V_2/V_i)$ et d'autre part, dans le seconde cas $\text{Ln}(1V_i/V_1)$, alors il effectue un nouveau changement d'origine il obtient dans ces conditions, les abscisses définitives, servant de base à son travail, qui deviendront des fonctions de $\text{Ln}(V_2/V_i)$:

$$\text{Ln}\left(\frac{V_2}{V_1}\right) - \text{Ln}\sqrt{\left(\frac{V_2V_1}{V_1(1-V_i)}\right)} = \text{Ln}\sqrt{\left(\frac{(1-V_i)V_2}{V_1V_i}\right)} \quad (\text{II.11})$$

Alors qu'en fonction de $\text{Ln}((1-V_i)/V_1)$

Les deux abscisses seront donc identiques, ce qui permettra de traiter les signaux dans leurs ensembles en utilisant le même système d'axe. Cette variable est posé égale à $\text{Ln}V_N$, variable normalisée, il suffit ensuite de normaliser les variations de e Ln entre ± 1 . La suite une tangente hyperbolique est obtenue dont nous devons néanmoins déterminer la pente à l'origine que Bottreau l'appelé α , en obtient alors la relation définitive de la modélisation de Bottreau qui s'exprime par :

$$\text{Ln}(\varepsilon_N) = \frac{2\text{Ln}(\varepsilon) - \text{Ln}(\varepsilon_1\varepsilon_2)}{\ln(\varepsilon_1/\varepsilon_2)} = \text{Tanh}\left(\frac{\alpha}{2}\text{Ln}V_N\right) \quad (\text{II.22})$$

Avec $V_N = \frac{(1-V_i)V_2}{V_1V_i}$ qui conduit à :

$$\text{Ln}(\varepsilon_N) = \frac{V_N^\alpha - 1}{V_N^\alpha + 1} \quad (\text{II.23})$$

Alors on aura

$$V_N^\alpha = \frac{\text{Ln}(\varepsilon) - \text{Ln}(\varepsilon_1)}{\ln(\varepsilon_2) - \ln(\varepsilon)} \quad (\text{II.24})$$

Après le développement nous obtenons :

$$\text{Ln}(\varepsilon) = p_1\text{Ln}(\varepsilon_1) + p_2\text{Ln}(\varepsilon_2) \quad (\text{II.25})$$

$$p_1 = \frac{\left(\frac{V_1}{1-V_i}\right)^\alpha}{\left[\left(\frac{V_2}{V_i}\right)^\alpha + \left(\frac{V_1}{1-V_i}\right)^\alpha\right]} = \frac{1}{1+V_N^\alpha} \quad (\text{II.26})$$

$$p_2 = \frac{\left(\frac{V_2}{V_i}\right)^\alpha}{\left[\left(\frac{V_2}{V_i}\right)^\alpha + \left(\frac{V_1}{1-V_i}\right)^\alpha\right]} = \frac{V_N^\alpha}{1+V_N^\alpha} \quad (\text{II.27})$$

Nous remarquons que pour $V_i = 0,5$ et $\alpha = 1$, nous retrouvons la loi de logarithmique de Lichtenecker :

$$\varepsilon_i^2 = \varepsilon_1 \varepsilon_2 \quad (\text{II.28})$$

4. Conclusion

Nous avons, dans ce chapitre, présenté, de manière succincte, les principaux rappels relatifs aux matériaux qui seront la base de notre composite. Ils serviront à expliquer les résultats des mesures réalisées par réflectométrie dans le domaine temporel (TDR) sur des matériaux composites. Nous avons décrit les phénomènes physiques permettant de caractériser, d'une manière phénoménologique, le comportement d'un milieu donné. Nous tenterons, au chapitre V, une explication de ce comportement, fondée sur la théorie du milieu effectif. Pour cela, on utilisera comme point de départ, appliquée à un milieu hétérogène constitué de phases homogènes, en formulant certaines hypothèses sur la géométrie du mélange. Étant donné que notre étude est basée sur des milieux matériels hétérogènes et aléatoires, nous avons présenté brièvement quelques lois de mélanges les plus utilisées pour la prédiction de la permittivité effective d'un milieu matériel. Dans le cas où cette permittivité est déjà connue, par exemple à partir d'une caractérisation expérimentale du mélange, ces lois permettent de déterminer les permittivités de ses différents constituants. La caractérisation de tels matériaux et l'instrumentation associée feront l'objet du prochain chapitre.



Chapitre III
Ondes électromagnétiques et
propagation guidée

1. Introduction

Les manifestations des rayonnements électromagnétiques, dites hyperfréquences ou micro-ondes, découlent des lois générales de l'électromagnétisme. Par conséquent, les rappels théoriques qui vont suivre devraient permettre une meilleure compréhension et une vision plus cohérente des définitions et applications pratiques qui seront exposées par la suite. En effet, sans connaissance théorique, traitant en particulier des notions de champs électrique et magnétique, de matériaux conducteurs et diélectriques, de la propagation des ondes électromagnétiques, il serait extrêmement difficile de comprendre comment agissent les micro-ondes sur la matière.

2. Rappels d'électromagnétisme

2.1. Loi de Coulomb [18,40,51,65]

La loi de Coulomb donne l'intensité de la force d'attraction électrostatique s'exerçant entre deux charges q et q' , placées à une distance r l'une de l'autre :

$$F = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \left(\frac{qq'}{r^2} \right) \quad (\text{III.1})$$

F en Newton, q en Coulomb et r en mètre.

Cela permet d'introduire une première notion importante : la permittivité ϵ , qu'on note ϵ' en hyperfréquence, ϵ_0 est la permittivité de l'air ou du vide, elle vaut $8,85 \cdot 10^{-12}$ F.m⁻¹. On utilise généralement la permittivité relative ϵ_r tel que :

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon'}{\epsilon_0} \quad (\text{III.2})$$

2.2. Champ et induction électrique

Considérons à nouveau deux charges q et q' . La charge q' perturbe l'espace environnant ; cette perturbation est un champ électrique, désigné par \vec{E} . Ce champ soumet la charge q à la force d'attraction déjà définie, qu'on peut écrire ainsi :

$$\vec{F} = q \cdot \vec{E} \quad (\text{III.3})$$

On associe au champ \vec{E} une induction électrique, qui est un vecteur indépendant du milieu :

$$\vec{D} = \epsilon' \vec{E} \quad (\text{III.4})$$

tel que D est donnée en A.s.m⁻².

2.3. Champ et induction magnétique

Si maintenant la charge électrique q' est en mouvement avec une vitesse \vec{v} , elle va créer un champ magnétique \vec{H} , auquel correspond une induction magnétique :

$$\vec{B} = \mu \vec{H} \quad (\text{III.5})$$

tel que H en A.m^{-1} et B en Tesla

μ est une autre caractéristique du milieu appelée perméabilité magnétique. μ_0 est la perméabilité du vide ou l'air et elle vaut $4\pi 10^{-7}$.

Si la charge q arrive dans ce champ magnétique avec une vitesse \vec{v} , elle se trouve soumise à une force dirigée perpendiculairement à \vec{v} et \vec{B} suivant la règle dite des trois doigts ou du bonhomme d'Ampère (Biot-Savart) :

$$\vec{F} = q \vec{v} \wedge \vec{B} \quad (\text{III.6})$$

2.4. Conservation de l'électricité

Dans un espace donné, s'ils existent des charges électriques fixes et en mouvement, les premières se traduisent par une densité de charge ρ (en C.m^{-3}), et les secondes par une densité de courant \vec{J} (en A.m^{-3}). Ces deux grandeurs varient d'un point à l'autre de l'espace, et avec le temps. En un point quelconque, et à tout instant, ρ et \vec{J} vérifient l'équation de conservation de l'électricité :

$$\text{Div } \vec{J} + \frac{\partial \rho}{\partial t} = 0 \quad (\text{III.7})$$

Avec :

$$\text{Div } \vec{J} = \frac{\partial J_x}{\partial x} + \frac{\partial J_y}{\partial y} + \frac{\partial J_z}{\partial z} \quad (\text{III.8})$$

3. Ondes électromagnétiques [65-69]

Une onde électromagnétique comporte à la fois un champ électrique et un champ magnétique oscillant à la même fréquence. Ces deux champs, perpendiculaires l'un par rapport à l'autre se propagent dans un milieu selon une direction orthogonale Figure (III. 1). La propagation de ces ondes s'effectue à une vitesse qui dépend du milieu considéré. Dans le vide, la vitesse de propagation des ondes électromagnétiques est égale à la vitesse de la lumière de 3.10^8 m.s^{-1} .

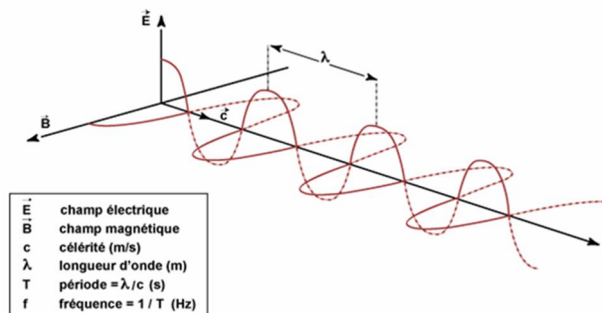


Figure (III. 1). Représentation d'une onde électromagnétique

3.1. Champ électrique

Le champ électrique est un champ de force associé à une charge électrique. Il provient la plupart du temps d'un mouvement de particules chargées, comme des électrons (chargés négativement) ou des protons (chargés positivement).

3.2. Champ magnétique

Le champ magnétique est généré par le déplacement des charges électriques à l'intérieur d'un atome. Il peut résulter d'une rotation des électrons sur eux-mêmes (appelé Spin des électrons) ou d'un déplacement des électrons dans les bandes de conduction de l'atome.

3.3. Spectre électromagnétique [65-69]

Le spectre électromagnétique représente la répartition des ondes électromagnétiques en fonction de leur longueur d'onde, de leur fréquence ou bien encore de leur énergie Figure (III.2).

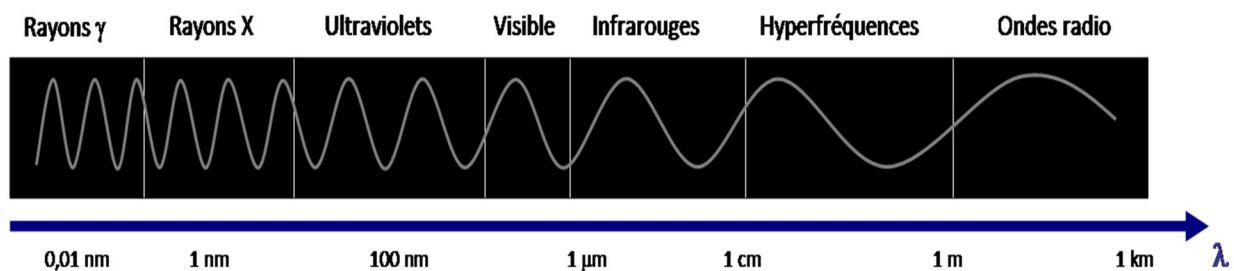


Figure (III. 2). Le spectre électromagnétique

En partant des ondes les plus énergétiques, on distingue successivement :

- **Les rayons gamma (γ)** : Ils sont dus aux radiations émises par les éléments radioactifs. Très énergétiques, ils traversent facilement la matière et sont très dangereux pour les cellules vivantes. Leurs longueurs d'onde s'étendent de 10^{-14} m à 10^{-12} m.
- **Les rayons X** : rayonnements très énergétiques traversant plus ou moins facilement les corps matériels et un peu moins nocifs que les rayons gamma, ils sont utilisés notamment en médecine pour les radiographies, dans l'industrie (contrôle des bagages dans le transport aérien par exemple), et dans la recherche pour l'étude de la matière. Les rayons X ont des longueurs d'onde comprises entre 10^{-12} m et un 10^{-8} m.
- **Les ultraviolets** : rayonnements qui restent assez énergétiques, ils sont nocifs pour la peau. Heureusement pour nous, une grande part des ultraviolets est stoppée par l'ozone atmosphérique qui sert de bouclier protecteur des cellules. Leurs longueurs d'onde s'échelonnent de 10^{-8} m à $4 \cdot 10^{-7}$ m.

- **Le domaine visible** : correspond à la partie très étroite du spectre électromagnétique perceptible par notre œil. C'est dans le domaine visible que le rayonnement solaire atteint son maximum ($0,5 \mu\text{m}$) et c'est également dans cette portion du spectre que l'on peut distinguer l'ensemble des couleurs de l'arc en ciel, du bleu au rouge. Il s'étend de $4 \cdot 10^{-7} \text{ m}$ - *lumière bleue* - à $8 \cdot 10^{-7} \text{ m}$ - *lumière rouge*.
- **L'infrarouge** : Rayonnement émis par tous les corps dont la température est supérieure au zéro absolu (-273°C). En télédétection, on utilise certaines bandes spectrales de l'infrarouge pour mesurer la température des surfaces terrestres et océaniques, ainsi que celle des nuages. La gamme des infrarouges couvre les longueurs d'onde allant de $8 \cdot 10^{-7} \text{ m}$ à 10^{-3} m .
- **Les ondes radar ou hyperfréquences** : cette région du spectre est utilisée pour mesurer le rayonnement émis par la surface terrestre et s'apparente dans ce cas à la télédétection dans l'infrarouge thermique, mais également par les capteurs actifs comme les systèmes radar. Un capteur radar émet son propre rayonnement électromagnétique et en analysant le signal rétrodiffusé, il permet de localiser et d'identifier les objets, et de calculer leur vitesse de déplacement s'ils sont en mouvement. Et ceci, quel que soit la couverture nuageuse, de jour comme de nuit. Le domaine des hyperfréquences s'étend des longueurs d'onde de l'ordre du centimètre jusqu'au mètre.
- **Les ondes radio** : ce domaine de longueurs d'onde est le plus vaste du spectre électromagnétique et concerne les ondes qui ont les plus basses fréquences. Il s'étend des longueurs d'onde de quelques cm à plusieurs km. Relativement faciles à émettre et à recevoir, les ondes radio sont utilisées pour la transmission de l'information (radio, télévision et téléphone). La bande FM des postes de radio correspond à des longueurs d'onde de l'ordre du mètre. Celles utilisées pour les téléphones cellulaires sont de l'ordre de 10 cm environ. On résume les domaines du spectre électromagnétique dans le tableau (III.1)

Tableau (III. 1) Domaines du spectre électromagnétique

Nom	Plage de longueur d'onde	Bande de Fréquence (Hz)	Énergie du photon (eV)
Rayon gamma	< 10 pm	> 30 EHz	> 124 keV
Rayon X	De 10 pm – 10 nm	30 EHz – 30 PHz	124 keV – 124 eV
Ultraviolet	10 nm – 390 nm	30 PHz – 750 THz	124 eV – 3,2 eV
Visible	390 nm – 750 nm	770 THz – 400 THz	3,2 eV – 1,7 eV
Infrarouge	750 nm – 0,1 mm	400 THz – 3 THz	1,7 eV – 12,4 meV
TéraHertz / submillimétrique	0,1 mm – 1 mm	3 THz - 300 GHz	12,4 meV – 1,24 meV
Micro-ondes	1 mm – 1 m	300 GHz – 300 MHz	1,24 meV – 1,24 µeV
Ondes radio	1 m – 100 000 km	300 MHz – 3 Hz	1,24 µeV – 12,4 feV

3.4. Equations de Maxwell [14, 29, 55-56]

Les grandeurs précédemment définies sont reliées entre elles par les relations suivantes :

$$\text{rot } \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad (\text{III.9})$$

avec :

$$\text{rot } \vec{V} = \left(\frac{\partial v_z}{\partial y} - \frac{\partial v_y}{\partial z} \right) \cdot \vec{x} + \left(\frac{\partial v_x}{\partial z} - \frac{\partial v_z}{\partial x} \right) \cdot \vec{y} + \left(\frac{\partial v_y}{\partial x} - \frac{\partial v_x}{\partial y} \right) \cdot \vec{z} \quad (\text{III.10})$$

$$\text{rot } \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (\text{III.11})$$

$$\text{Div } \vec{D} = \rho \quad (\text{III.12})$$

$$\text{Div } \vec{B} = 0 \quad (\text{III.13})$$

$$\text{Div } \left(\vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \right) = 0 \quad (\text{III.14})$$

Il apparaît un courant global $\vec{J} + (\partial \vec{D} / \partial t)$ dont le premier terme est le courant de conduction classique, et le second un courant, dit de déplacement, qui n'existe pas en régime continu, et qui peut éventuellement se propager sans support matériel : il s'agit du courant transporté par l'onde.

Les équations ci-dessus traduisent mathématiquement une réalité physique, l'onde électromagnétique, c'est-à-dire un champ électrique et un champ magnétique associés, se propageant dans l'espace et variant dans le temps.

3.5. Conditions aux limites [15, 24]

Lorsque l'onde se propage en traversant des milieux de natures différentes, elle se modifie en passant d'un milieu à l'autre suivant des lois appelées conditions aux limites :

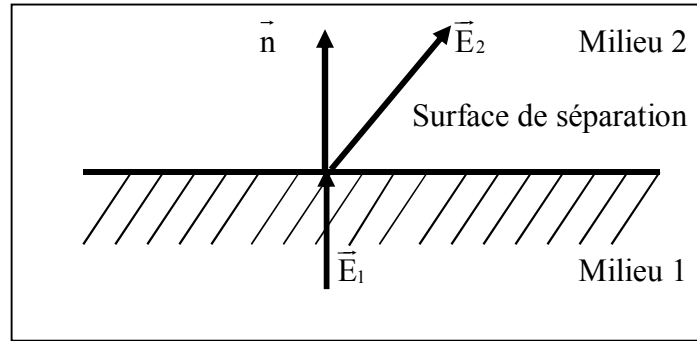


Figure (III. 3). Diffraction d'une onde électromagnétique

(\vec{n} est le vecteur unitaire, dirigé du milieu 1 vers milieu 2 perpendiculairement à la surface

Figure (III-1)

$$(\vec{B}_2 - \vec{B}_1) \cdot \vec{n} = 0 \quad (\text{III.15})$$

$$(\vec{D}_2 - \vec{D}_1) \cdot \vec{n} = \rho_s \quad (\text{III.16})$$

$$(\vec{E}_2 - \vec{E}_1) \wedge \vec{n} = 0 \quad (\text{III.17})$$

$$(\vec{H}_2 - \vec{H}_1) \wedge \vec{n} = -\vec{J}_s \quad (\text{III.18})$$

ρ_s et J_s étant les densités superficielles de charge et de courant en $C.m^{-2}$ et $A.m^{-2}$ respectivement.

3.6. Conducteurs et diélectriques [15, 29]

3.3.1. Milieux conducteurs

On définit les milieux conducteurs à partir de la loi d'Ohm :

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \quad (\text{III.19})$$

Où le coefficient σ représente la conductivité du milieu exprimée en siemens par mètre ($\Omega^{-1} m^{-1}$).

Pour un conducteur parfait, on aurait :

$$\sigma = \infty \quad |\vec{J}| < \infty \quad (\text{III.20})$$

$$\begin{cases} \vec{E} = 0 \\ \vec{H} = 0 \\ \vec{J} = 0 \end{cases} \quad (\text{III.21})$$

Le courant ne peut donc exister que sous forme de courant de surface.

3.3.2. Milieux diélectriques

Un diélectrique parfait présenterait une conductivité nulle, et ne pourrait contenir ni charges libres, ni courant de conduction. En fait, un corps donné est plus ou moins conducteur et plus ou moins diélectrique, suivant la fréquence.

C'est le rapport $\sigma/\omega\varepsilon'$ (ω étant la pulsation, $\omega = 2\pi f$) qui indique les importances relatives du courant de conduction, c'est-à-dire du caractère conducteur du milieu (σ), et du courant de déplacement, c'est-à-dire de son caractère diélectrique ($\omega\varepsilon'$).

Pour un bon conducteur ($\sigma/\omega\varepsilon' \gg 1$) et pour un bon diélectrique ($\sigma/\omega\varepsilon' \ll 1$).

4. Propagation guidée [32-35, 70-73]

4.1. Guides d'onde

Les courants continus ou de basse fréquence se propagent sur de simples fils conducteurs. Il en va différemment en haute fréquence où le fil conducteur devient une antenne. Si l'on désire canaliser le rayonnement, on doit avoir recours à des conducteurs cylindriques creux, de section quelconque, mais habituellement rectangulaire, circulaire, elliptique ou coaxiale, dont les dimensions sont en rapport avec la longueur d'onde. La propagation sur une ligne de transmission ou un guide d'ondes est déterminée par l'étude de la distribution des champs électromagnétique dans la structure générale indiquée dans la Figure (III.2) :

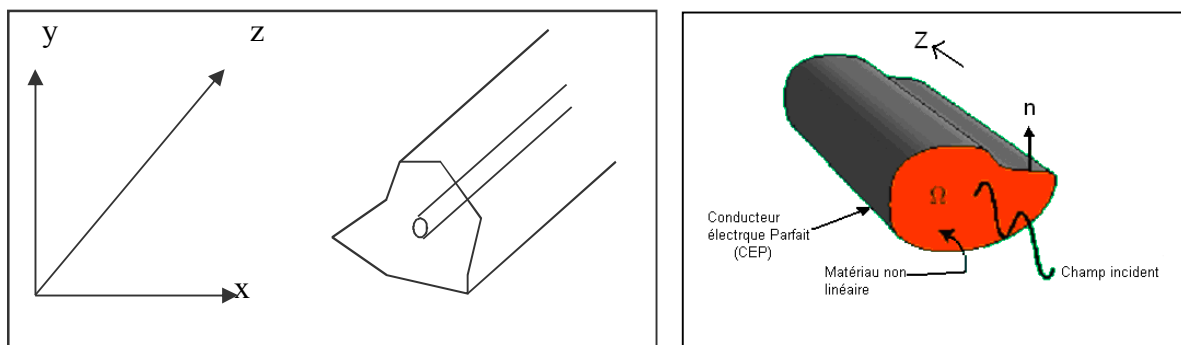


Figure (III. 4). Structure d'un guide d'ondes

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

La caractérisation d'un guide consiste à déterminer la manière dont l'énergie s'y propage. en chaque point du plan de section droite du guide, cette énergie peut être caractérisée à partir des composant transversales des champs électrique \vec{E} et magnétique \vec{H} .

Ces champs sont liés par les équations de Maxwell [32-36] qui s'expriment comme suit :

$$\nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = j\omega \vec{B} = -j\omega \mu \vec{H} \quad (\text{III.22})$$

$$\nabla \times \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} = \rho + j\omega \vec{D} = (\sigma - j\omega \varepsilon) \vec{E} \quad (\text{III.23})$$

$$\nabla \cdot \vec{D} = \rho \quad (\text{III.24})$$

$$\nabla \cdot \vec{H} = 0 \quad (\text{III.25})$$

Où :

\vec{B} : Induction magnétique.

\vec{D} : Déplacement électrique.

ρ : Densité de charge locale.

\vec{J} : Densité de courant de conduction.

$\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon''$: Permittivité complexe du milieu.

$\mu = \mu' + j\mu''$: Perméabilité complexe du milieu.

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

Où

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

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

$$\lambda_g = \frac{2\pi}{\beta} \quad (\text{III.26})$$

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

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

On peut résumer ces conditions comme suit:

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

$$\begin{cases} \vec{n} \times (\vec{E}_1 - \vec{E}_2) = 0 \\ \vec{n} \times (\vec{H}_1 - \vec{H}_2) = 0 \end{cases} \quad (\text{III.27})$$

Où

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

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

$$\vec{n} \times \vec{E}_1 = 0 \quad (\text{III.28})$$

Alors que pour un conducteur magnétique parfait, on aurait

$$\vec{n} \times \vec{H}_1 = 0 \quad (\text{III.29})$$

4.2. Classification des modes de propagation

Trois cas de modes peuvent être isolés :

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

La dimension transversale des guides impose les conditions de propagation. Il existe en général, pour chaque mode, une fréquence de coupure en dessous de laquelle il ne peut être propagé ; la constante de propagation qui lui est associée est réelle, le mode est dit évanescent pour certains modes qui n'ont pas de fréquence de coupure par exemple le mode TEM.

4.3. Diagramme de dispersion

Dans un guide d'ondes sans pertes l'exposant de propagation prend la forme :

$$\gamma = \alpha - j\beta = \sqrt{p^2 - k^2} = \sqrt{p^2 - \left(\frac{\omega}{c}\right)^2} \quad (\text{III.30})$$

Où p et k sont dits : nombres d'ondes Avec :

$$k = \omega\sqrt{\varepsilon\mu} = \frac{\omega}{c} \quad (\text{III.31})$$

et p est un nombre dépendant de la section droite du guide (forme, et dimensions), ainsi que la distribution des champs du mode considéré dans le plan transverse, et non du milieu remplissant le guide. Il est toujours réel quand le guide est homogène. Le diagramme représentant α et β en fonction de la fréquence est appelé diagramme de dispersion.

4.4. Bandes de fréquences, modes dominants, modes supérieurs

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

- $f < f_{c1}$: aucun mode ne peut se propager, et les champs décroissent avec la distance. Le guide sera employé comme affaiblisseur.
- $f_{c1} < f < 1.25f_{c1}$: un seul mode, le mode dominant, peut se propager, il présente toutefois une grande dispersion, de sorte que cette bande de fréquence n'est en général pas employée pour transmettre l'information.
- $1.25f_{c1} < f < f_{c2}$: Un seul mode se propage qui est le mode dominant. La dispersion est généralement acceptable dans cette bande.
- $f > 1.25f_{c2}$: Plusieurs modes peuvent se propager, le mode dominant et d'autres modes, qui n'ont pas les mêmes affaiblissements et vitesses de propagation. Ceci entraîne une distorsion du signal, ce qui empêche de travailler dans cette bande de fréquences [40].

4.5. Impédance d'onde

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

$$E = E_0 \exp(j\omega y - \gamma z) \quad (\text{III.32})$$

$$H = H_0 \exp(j\omega y - \gamma z) \quad (\text{III.33})$$

Les deux champs de l'onde plane sont perpendiculaires entre eux, et portés par un plan perpendiculaire à la direction z de propagation.

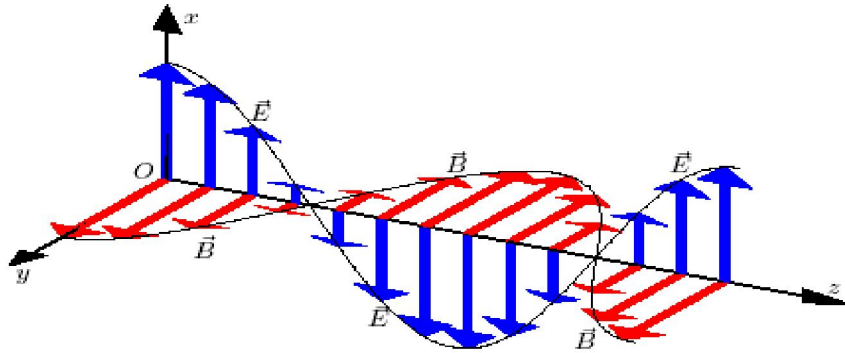


Figure (III. 5). Représentation des deux champs (\vec{E}) et (\vec{H}) pour une onde électromagnétique

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

$$\begin{cases} E_t(z, r_t) = U_e(z)E_T(r_t) \\ H_t(z, r_t) = I_e(z)E_T(r_t) \end{cases} \quad (\text{III.34})$$

Où l'indice t représente la composante transverse du champ, alors que T spécifie la partie dépendante de coordonnée transverse. La tension U_e et le courant I_e sont des grandeurs proportionnelles aux champs électrique et magnétique transverses dans le guide. Ils ne présentent pas une tension et un courant existant effectivement à un quelconque emplacement dans ce guide. Le quotient U_e de ces deux grandeurs est appelé impédance d'onde, on le désigne notamment par η [40]

$$\eta = \frac{E_x}{H_y} \quad (\text{III.35})$$

Cette grandeur est aussi caractéristique du milieu dans lequel l'onde se propage.

Ainsi dans le vide, sa valeur est :

$$\eta_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = 120\pi \quad (\text{III.36})$$

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

$$\xi = \frac{1+\Gamma}{1-\Gamma} = \frac{E_{max}}{E_{min}} \quad (\text{III.37})$$

$$\Gamma = \frac{E_r}{E_i} \quad (\text{III.38})$$

Γ : Peut être défini quel que soit le mode, et il est mesurable à toute les fréquences tel que :

E_r : Champ électrique réfléchi

E_i : Champ électrique incident

4.6. Etude du guide d'onde rectangulaire

4.6.1. Guide d'onde rectangulaire [32-36, 40]

La séparation des équations de Maxwell (III.11) à (III.14) en composantes longitudinales et transversales et leurs développements permet d'aboutir aux équations différentielles de Helmholtz :

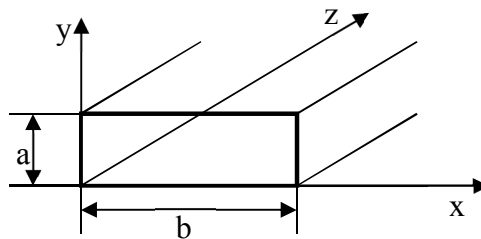


Figure (III. 6). Guide d'onde rectangulaire

Pour le mode TE

$$\nabla_t^2 H_z + \frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2} + k^2 H_z = 0 \quad (\text{III.39})$$

Pour un mode TM

$$\nabla_t^2 E_z + \frac{\partial^2 E_z}{\partial z^2} + k^2 E_z = 0 \quad (\text{III.40})$$

L'opérateur ∇_t^2 désigne la partie transversale. En faisant usage à la séparation des variables, on aura :

$$\begin{cases} \nabla_t^2 X_z + p^2 X_z = 0 \\ \frac{\partial^2 X_z}{\partial z^2} + \gamma^2 X_z = 0 \\ p^2 + \gamma^2 = k^2 \end{cases} \quad (\text{III.41})$$

Où X représente H ou E respectivement

➤ Pour le mode TM :

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + k^2\right)\Phi = 0 \quad (\text{III.42})$$

Avec Φ (flux magnétique)= 0 sur les parois.

➤ Pour le mode TE :

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + k^2\right)\Psi = 0 \quad (\text{III.43})$$

Avec

$$\frac{\partial\Psi}{\partial n} = 0 \quad (\text{III.44})$$

La dérivé du flux électrique sur les parois est nulle.

4.6.2. Etude des modes transverses magnétiques (TM)

En utilisant la méthode de séparation des variables, on pourrait écrire l'équation précédente sous la forme :

$$\Phi = X(x).Y(y) \quad (\text{III.45})$$

La substitution de (III.45) dans (III.42) donne :

$$\frac{1}{X} \frac{\partial^2 X}{\partial x^2} + \frac{1}{Y} \frac{\partial^2 Y}{\partial y^2} + k^2 = 0 \quad (\text{III.46})$$

En posant :

$$\frac{1}{X} \frac{\partial^2 X}{\partial x^2} = -\alpha^2, \quad \frac{1}{Y} \frac{\partial^2 Y}{\partial y^2} = \beta^2 \quad (\text{III.47})$$

Nous obtenons la condition :

$$\alpha^2 + \beta^2 = k^2 \quad (\text{III.48})$$

L'intégration des équations (III.46) est immédiate et donne :

$$\begin{cases} X = A_1 \cos(\alpha x) + A_2 \cos(\alpha x) \\ Y = B_1 \cos(\beta y) + B_2 \cos(\beta y) \end{cases} \quad (\text{III.49})$$

D'où :

$$\Phi(x, y) = (A_1 \cos(\alpha x) + A_2 \cos(\alpha x))(B_1 \cos(\beta y) + B_2 \cos(\beta y)) \quad (\text{III.50})$$

Les conditions aux limites sur les parois ($\Phi = 0$), ainsi que la condition de la normalisation

$$\int_0^b \int_0^a \Phi^2(x, y) dx dy = \frac{1}{k^2} \quad (\text{III.51})$$

L'équation (III.40) permet de déterminer les constantes A_1 et A_2 , B_1 B_2 , α et β [40].

Nous obtenant enfin :

$$\Phi(x, y) = \frac{2}{\pi(m^2 \frac{b}{a} + n^2 \frac{a}{b})^{1/2}} \sin\left(\frac{m\pi}{a} x\right) \sin\left(\frac{n\pi}{b} y\right) \quad (\text{III.52})$$

Le champ électrique transverse dérivé du potentiel Φ , le champ magnétique lui étant perpendiculaire :

$$E_t = (\nabla\Phi)\exp(\pm\gamma z), \left(\frac{\mu}{\varepsilon}\right)^{1/2} H_t = (e_z \times \nabla\Phi)\exp(\pm\gamma z) \quad (\text{III.53})$$

On obtient ainsi, en négligeant les pertes, les composantes du Mode TM :

$$\begin{cases} E_{X_{mn}} = \pm j\beta \frac{2}{\pi(m^2 \frac{b}{a} + n^2 \frac{a}{b})^{1/2}} \left(\frac{m\pi}{a}\right) \cos\left(\frac{m\pi}{a} x\right) \sin\left(\frac{n\pi}{b} y\right) \exp(j\beta z) \\ E_{Y_{mn}} = j\beta \frac{2}{\pi(m^2 \frac{b}{a} + n^2 \frac{a}{b})^{1/2}} \left(\frac{n\pi}{b}\right) \sin\left(\frac{m\pi}{a} x\right) \cos\left(\frac{n\pi}{b} y\right) \exp(j\beta z) \\ E_{Z_{mn}} = k^2 \frac{2}{\pi(m^2 \frac{b}{a} + n^2 \frac{a}{b})^{1/2}} \sin\left(\frac{m\pi}{a} x\right) \sin\left(\frac{n\pi}{b} y\right) \exp(j\beta z) \end{cases} \quad (\text{III.54})$$

On a

$$H_{X_{mn}} = -\frac{1}{Z_c} E_{Y_{mn}}, \quad H_{Y_{mn}} = \frac{1}{Z_c} E_{X_{mn}} \quad \text{et} \quad H_{Z_{mn}} = 0$$

Et $\beta = \sqrt{p^2 + k^2}, \quad Z_c = \frac{\beta}{\omega\varepsilon}, \quad k = \left[\left(m\frac{b}{a}\right)^2 + \left(n\frac{a}{b}\right)^2 \right]$

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

La longueur d'onde de coupure aura la valeur [2, 3] :

$$\lambda_{c,mn} = \frac{2\pi}{k} = \frac{2\pi}{\left[\left(m\frac{b}{a}\right)^2 + \left(n\frac{a}{b}\right)^2 \right]^{1/2}} \quad (\text{III.55})$$

D'où la pulsation de coupure :

$$\omega_{c,mn} = \frac{2\pi c}{\lambda} = \frac{1}{\sqrt{\varepsilon\mu}} \left[\left(m \frac{b}{a} \right)^2 + \left(n \frac{a}{b} \right)^2 \right]^{1/2} \quad (\text{III.56})$$

4.6.3. Etude des modes transverses électriques (TE)

Cette étude s'effectue de façon analogue à partir de l'équation (III.41) et des conditions aux limites aux parois, ainsi que la condition de normalisation ; ce qui permet d'aboutir à :

$$\left\{ \begin{array}{l} H_{X_{mn}} = -j\beta \frac{2}{\pi(m^2\frac{b}{a}+n^2\frac{a}{b})^{1/2}} \left(\frac{m\pi}{a}\right) \sin\left(\frac{m\pi}{a}x\right) \cos\left(\frac{n\pi}{b}y\right) \exp(j\beta z) \\ H_{Y_{mn}} = -j\beta \frac{2}{\pi(m^2\frac{b}{a}+n^2\frac{a}{b})^{1/2}} \left(\frac{n\pi}{b}\right) \cos\left(\frac{m\pi}{a}x\right) \sin\left(\frac{n\pi}{b}y\right) \exp(j\beta z) \\ H_{Z_{mn}} = \beta \frac{2}{\pi(m^2\frac{b}{a}+n^2\frac{a}{b})^{1/2}} \cos\left(\frac{m\pi}{a}x\right) \cos\left(\frac{n\pi}{b}y\right) \exp(j\beta z) \\ E_{Z_{mn}} = k^2 \frac{2}{\pi(m^2\frac{b}{a}+n^2\frac{a}{b})^{1/2}} \sin\left(\frac{m\pi}{a}x\right) \cos\left(\frac{n\pi}{b}y\right) \exp(j\beta z) \end{array} \right. \quad (\text{III.57})$$

On a

$$\begin{aligned} E_{X_{mn}} &= Z_c H_{Y_{mn}}, \quad E_{Y_{mn}} = -Z_c H_{X_{mn}} \quad \text{et} \quad E_{Z_{mn}} = 0 \\ \text{et} \quad \beta &= \sqrt{p^2 - k^2}, \quad Z_c = \mu\omega, \quad k = \left[\left(m \frac{b}{a} \right)^2 + \left(n \frac{a}{b} \right)^2 \right] \end{aligned} \quad (\text{III.58})$$

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

Le mode dominant est celui qui admet la fréquence de coupure la plus basse, c'est le mode TE₁₀. Dans ce cas nous avons :

$$\lambda_{c(10)} = 2a$$

D'où

$$\omega_{c(10)} = \frac{\pi}{\sqrt{\varepsilon\mu} a} \quad (\text{III.59})$$

4.6.4. Ondes stationnaires [40]

Soit une onde TE₁₀ se propageant dans un milieu caractérisé par une permittivité complexe :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0(\varepsilon' - j\varepsilon'')$$

Les équations des champs seront déduites donc à partir (III.54) et valent :

$$\begin{cases} E_y = E_0 \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \exp(j\omega t - \gamma z) \\ E_y = 0 \\ E_z = 0 \end{cases} \quad (\text{III.60})$$

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

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

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

$$E_y^i = E_0^i \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \exp(-\gamma z) \exp(j\omega t) \quad (\text{III.61})$$

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

$$E_y^r = E_0^r \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \exp(+\gamma z) \exp(j\omega t) \quad (\text{III.62})$$

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

Γ est un coefficient de réflexion complexe, qui caractérise la plaque diélectrique terminale.

Posons :

$$\Gamma = -\exp(-2w) = -\exp(-2(u + jv)) \quad (\text{III.63})$$

En avant du dioptré terminal, le champ total est :

$$E_y^t = E_y^i + E_y^r \quad (\text{III.64})$$

L'utilisation des équations (III.61) et (III.62) permet d'aboutir finalement à :

$$E_y^t = 2E_0^i \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \exp(-w) \operatorname{sh}(w + \gamma z) \exp(j\omega t) \quad (\text{III.65})$$

Le terme de propagation en $\exp(-\gamma z)$ a disparu de cette expression. On a une onde stationnaire.

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

$$|E_y^t|^2 = (2 E_0^i)^2 \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \exp(-2w) (sh^2(u + \alpha z) + \sin^2(v + \beta z)) \quad (\text{III.66})$$

On peut distinguer trois cas particuliers :

Premier cas :

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

Alors :

$$|E_y^t|^2 = 4(E_0^i)^2 \sin^2\left(\frac{\pi x}{a}\right) \sin^2(\beta z) \quad (\text{III.67})$$

Deuxième cas :

Propagation dans le vide ($\alpha = 0, \gamma = j\beta$), avec un diélectrique (Γ Complexe $u \neq 0, w \neq 0$).

Quand on se déplace suivant l'axe des z, $|E_y|^2$ varie sinusoidalement.

On appelle taux d'ondes stationnaires (TOS) le rapport :

$$\theta = \frac{|E_t|_{max}}{|E_t|_{min}} \quad (\text{III.68})$$

$$\theta = \frac{|sh^2(u)+1|^{1/2}}{sh(u)} = \frac{1}{th(u)} = \frac{1 + \exp(2u)}{1 - \exp(2u)} \quad (\text{III.69})$$

Ce TOS est lié au coefficient de réflexion Γ par la formule :

$$\theta = \frac{1 + |\Gamma|}{1 - |\Gamma|} \quad (\text{III.70})$$

Troisième cas :

Propagation dans le diélectrique (γ complexe) avec un guide terminé par un court-circuit ($\Gamma = -1, w = 0$)

$$|E_y^t|^2 = 4(E_0^i)^2 \sin^2\left(\frac{\pi x}{a}\right) (sh^2(\alpha z) + \sin^2(\beta z)) \quad (\text{III.71})$$

5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté de manière brève, des rappels relatifs aux bases de l'électromagnétisme, qui servent à expliquer les techniques de mesures électromagnétiques des propriétés diélectriques, qui seront utilisées par la suite dans la caractérisation de nos matériaux. Dans ce contexte les équations de Maxwell, appliquées à un milieu hétérogène constitué de phases homogènes peuvent nous aidé à la formulation de certaines hypothèses sur la géométrie du mélange, en raison de l'importance des interactions des ondes électromagnétiques-matière. Par la suite, nous avons présenté les différentes notions des guides d'ondes rectangulaires ainsi qu'une étude détaillée spécialement sur les modes transverse magnétique, transverse électrique et les ondes stationnaires.



Chapitre III
Ondes électromagnétiques et
propagation guidée

1. Introduction

Les manifestations des rayonnements électromagnétiques, dites hyperfréquences ou micro-ondes, découlent des lois générales de l'électromagnétisme. Par conséquent, les rappels théoriques qui vont suivre devraient permettre une meilleure compréhension et une vision plus cohérente des définitions et applications pratiques qui seront exposées par la suite. En effet, sans connaissance théorique, traitant en particulier des notions de champs électrique et magnétique, de matériaux conducteurs et diélectriques, de la propagation des ondes électromagnétiques, il serait extrêmement difficile de comprendre comment agissent les micro-ondes sur la matière.

2. Rappels d'électromagnétisme

2.1. Loi de Coulomb [18,40,51,65]

La loi de Coulomb donne l'intensité de la force d'attraction électrostatique s'exerçant entre deux charges q et q' , placées à une distance r l'une de l'autre :

$$F = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \left(\frac{qq'}{r^2} \right) \quad (\text{III.1})$$

F en Newton, q en Coulomb et r en mètre.

Cela permet d'introduire une première notion importante : la permittivité ϵ , qu'on note ϵ' en hyperfréquence, ϵ_0 est la permittivité de l'air ou du vide, elle vaut $8,85 \cdot 10^{-12}$ F.m⁻¹. On utilise généralement la permittivité relative ϵ_r tel que :

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon'}{\epsilon_0} \quad (\text{III.2})$$

2.2. Champ et induction électrique

Considérons à nouveau deux charges q et q' . La charge q' perturbe l'espace environnant ; cette perturbation est un champ électrique, désigné par \vec{E} . Ce champ soumet la charge q à la force d'attraction déjà définie, qu'on peut écrire ainsi :

$$\vec{F} = q \cdot \vec{E} \quad (\text{III.3})$$

On associe au champ \vec{E} une induction électrique, qui est un vecteur indépendant du milieu :

$$\vec{D} = \epsilon' \vec{E} \quad (\text{III.4})$$

tel que D est donnée en A.s.m⁻².

2.3. Champ et induction magnétique

Si maintenant la charge électrique q' est en mouvement avec une vitesse \vec{v} , elle va créer un champ magnétique \vec{H} , auquel correspond une induction magnétique :

$$\vec{B} = \mu \vec{H} \quad (\text{III.5})$$

tel que H en A.m^{-1} et B en Tesla

μ est une autre caractéristique du milieu appelée perméabilité magnétique. μ_0 est la perméabilité du vide ou l'air et elle vaut $4\pi 10^{-7}$.

Si la charge q arrive dans ce champ magnétique avec une vitesse \vec{v} , elle se trouve soumise à une force dirigée perpendiculairement à \vec{v} et \vec{B} suivant la règle dite des trois doigts ou du bonhomme d'Ampère (Biot-Savart) :

$$\vec{F} = q \vec{v} \wedge \vec{B} \quad (\text{III.6})$$

2.4. Conservation de l'électricité

Dans un espace donné, s'ils existent des charges électriques fixes et en mouvement, les premières se traduisent par une densité de charge ρ (en C.m^{-3}), et les secondes par une densité de courant \vec{J} (en A.m^{-3}). Ces deux grandeurs varient d'un point à l'autre de l'espace, et avec le temps. En un point quelconque, et à tout instant, ρ et \vec{J} vérifient l'équation de conservation de l'électricité :

$$\text{Div } \vec{J} + \frac{\partial \rho}{\partial t} = 0 \quad (\text{III.7})$$

Avec :

$$\text{Div } \vec{J} = \frac{\partial J_x}{\partial x} + \frac{\partial J_y}{\partial y} + \frac{\partial J_z}{\partial z} \quad (\text{III.8})$$

3. Ondes électromagnétiques [65-69]

Une onde électromagnétique comporte à la fois un champ électrique et un champ magnétique oscillant à la même fréquence. Ces deux champs, perpendiculaires l'un par rapport à l'autre se propagent dans un milieu selon une direction orthogonale Figure (III. 1). La propagation de ces ondes s'effectue à une vitesse qui dépend du milieu considéré. Dans le vide, la vitesse de propagation des ondes électromagnétiques est égale à la vitesse de la lumière de 3.10^8 m.s^{-1} .

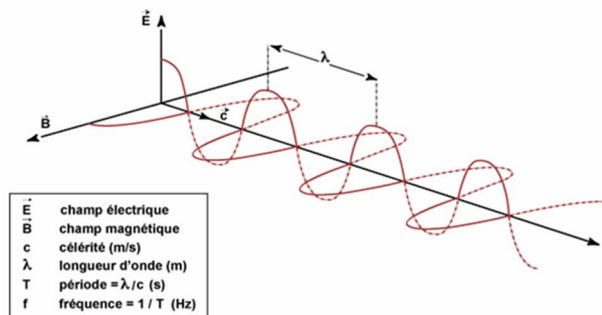


Figure (III. 1). Représentation d'une onde électromagnétique

3.1. Champ électrique

Le champ électrique est un champ de force associé à une charge électrique. Il provient la plupart du temps d'un mouvement de particules chargées, comme des électrons (chargés négativement) ou des protons (chargés positivement).

3.2. Champ magnétique

Le champ magnétique est généré par le déplacement des charges électriques à l'intérieur d'un atome. Il peut résulter d'une rotation des électrons sur eux-mêmes (appelé Spin des électrons) ou d'un déplacement des électrons dans les bandes de conduction de l'atome.

3.3. Spectre électromagnétique [65-69]

Le spectre électromagnétique représente la répartition des ondes électromagnétiques en fonction de leur longueur d'onde, de leur fréquence ou bien encore de leur énergie Figure (III.2).

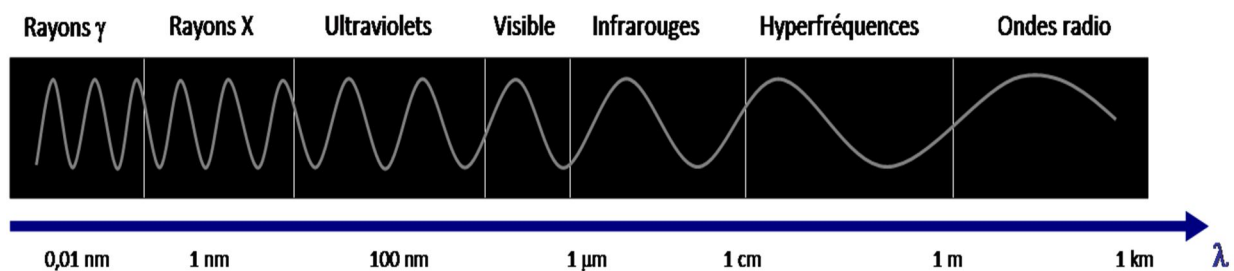


Figure (III. 2). Le spectre électromagnétique

En partant des ondes les plus énergétiques, on distingue successivement :

- **Les rayons gamma (γ)** : Ils sont dus aux radiations émises par les éléments radioactifs. Très énergétiques, ils traversent facilement la matière et sont très dangereux pour les cellules vivantes. Leurs longueurs d'onde s'étendent de 10^{-14} m à 10^{-12} m.
- **Les rayons X** : rayonnements très énergétiques traversant plus ou moins facilement les corps matériels et un peu moins nocifs que les rayons gamma, ils sont utilisés notamment en médecine pour les radiographies, dans l'industrie (contrôle des bagages dans le transport aérien par exemple), et dans la recherche pour l'étude de la matière. Les rayons X ont des longueurs d'onde comprises entre 10^{-12} m et un 10^{-8} m.
- **Les ultraviolets** : rayonnements qui restent assez énergétiques, ils sont nocifs pour la peau. Heureusement pour nous, une grande part des ultraviolets est stoppée par l'ozone atmosphérique qui sert de bouclier protecteur des cellules. Leurs longueurs d'onde s'échelonnent de 10^{-8} m à $4 \cdot 10^{-7}$ m.

- **Le domaine visible** : correspond à la partie très étroite du spectre électromagnétique perceptible par notre œil. C'est dans le domaine visible que le rayonnement solaire atteint son maximum ($0,5 \mu\text{m}$) et c'est également dans cette portion du spectre que l'on peut distinguer l'ensemble des couleurs de l'arc en ciel, du bleu au rouge. Il s'étend de $4 \cdot 10^{-7} \text{ m}$ - *lumière bleue* - à $8 \cdot 10^{-7} \text{ m}$ - *lumière rouge*.
- **L'infrarouge** : Rayonnement émis par tous les corps dont la température est supérieure au zéro absolu (-273°C). En télédétection, on utilise certaines bandes spectrales de l'infrarouge pour mesurer la température des surfaces terrestres et océaniques, ainsi que celle des nuages. La gamme des infrarouges couvre les longueurs d'onde allant de $8 \cdot 10^{-7} \text{ m}$ à 10^{-3} m .
- **Les ondes radar ou hyperfréquences** : cette région du spectre est utilisée pour mesurer le rayonnement émis par la surface terrestre et s'apparente dans ce cas à la télédétection dans l'infrarouge thermique, mais également par les capteurs actifs comme les systèmes radar. Un capteur radar émet son propre rayonnement électromagnétique et en analysant le signal rétrodiffusé, il permet de localiser et d'identifier les objets, et de calculer leur vitesse de déplacement s'ils sont en mouvement. Et ceci, quel que soit la couverture nuageuse, de jour comme de nuit. Le domaine des hyperfréquences s'étend des longueurs d'onde de l'ordre du centimètre jusqu'au mètre.
- **Les ondes radio** : ce domaine de longueurs d'onde est le plus vaste du spectre électromagnétique et concerne les ondes qui ont les plus basses fréquences. Il s'étend des longueurs d'onde de quelques cm à plusieurs km. Relativement faciles à émettre et à recevoir, les ondes radio sont utilisées pour la transmission de l'information (radio, télévision et téléphone). La bande FM des postes de radio correspond à des longueurs d'onde de l'ordre du mètre. Celles utilisées pour les téléphones cellulaires sont de l'ordre de 10 cm environ. On résume les domaines du spectre électromagnétique dans le tableau (III.1)

Tableau (III. 1) Domaines du spectre électromagnétique

Nom	Plage de longueur d'onde	Bande de Fréquence (Hz)	Énergie du photon (eV)
Rayon gamma	< 10 pm	> 30 EHz	> 124 keV
Rayon X	De 10 pm – 10 nm	30 EHz – 30 PHz	124 keV – 124 eV
Ultraviolet	10 nm – 390 nm	30 PHz – 750 THz	124 eV – 3,2 eV
Visible	390 nm – 750 nm	770 THz – 400 THz	3,2 eV – 1,7 eV
Infrarouge	750 nm – 0,1 mm	400 THz – 3 THz	1,7 eV – 12,4 meV
TéraHertz / submillimétrique	0,1 mm – 1 mm	3 THz - 300 GHz	12,4 meV – 1,24 meV
Micro-ondes	1 mm – 1 m	300 GHz – 300 MHz	1,24 meV – 1,24 µeV
Ondes radio	1 m – 100 000 km	300 MHz – 3 Hz	1,24 µeV – 12,4 feV

3.4. Equations de Maxwell [14, 29, 55-56]

Les grandeurs précédemment définies sont reliées entre elles par les relations suivantes :

$$\text{rot } \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad (\text{III.9})$$

avec :

$$\text{rot } \vec{V} = \left(\frac{\partial v_z}{\partial y} - \frac{\partial v_y}{\partial z} \right) \cdot \vec{x} + \left(\frac{\partial v_x}{\partial z} - \frac{\partial v_z}{\partial x} \right) \cdot \vec{y} + \left(\frac{\partial v_y}{\partial x} - \frac{\partial v_x}{\partial y} \right) \cdot \vec{z} \quad (\text{III.10})$$

$$\text{rot } \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (\text{III.11})$$

$$\text{Div } \vec{D} = \rho \quad (\text{III.12})$$

$$\text{Div } \vec{B} = 0 \quad (\text{III.13})$$

$$\text{Div } \left(\vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \right) = 0 \quad (\text{III.14})$$

Il apparaît un courant global $\vec{J} + (\partial \vec{D} / \partial t)$ dont le premier terme est le courant de conduction classique, et le second un courant, dit de déplacement, qui n'existe pas en régime continu, et qui peut éventuellement se propager sans support matériel : il s'agit du courant transporté par l'onde.

Les équations ci-dessus traduisent mathématiquement une réalité physique, l'onde électromagnétique, c'est-à-dire un champ électrique et un champ magnétique associés, se propageant dans l'espace et variant dans le temps.

3.5. Conditions aux limites [15, 24]

Lorsque l'onde se propage en traversant des milieux de natures différentes, elle se modifie en passant d'un milieu à l'autre suivant des lois appelées conditions aux limites :

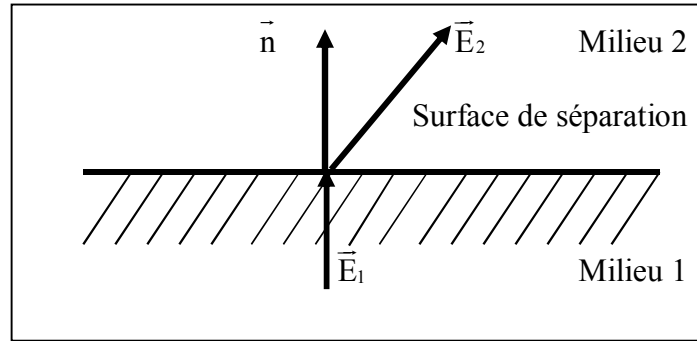


Figure (III. 3). Diffraction d'une onde électromagnétique

(\vec{n} est le vecteur unitaire, dirigé du milieu 1 vers milieu 2 perpendiculairement à la surface

Figure (III-1)

$$(\vec{B}_2 - \vec{B}_1) \cdot \vec{n} = 0 \quad (\text{III.15})$$

$$(\vec{D}_2 - \vec{D}_1) \cdot \vec{n} = \rho_s \quad (\text{III.16})$$

$$(\vec{E}_2 - \vec{E}_1) \wedge \vec{n} = 0 \quad (\text{III.17})$$

$$(\vec{H}_2 - \vec{H}_1) \wedge \vec{n} = -\vec{J}_s \quad (\text{III.18})$$

ρ_s et J_s étant les densités superficielles de charge et de courant en $C.m^{-2}$ et $A.m^{-2}$ respectivement.

3.6. Conducteurs et diélectriques [15, 29]

3.3.1. Milieux conducteurs

On définit les milieux conducteurs à partir de la loi d'Ohm :

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \quad (\text{III.19})$$

Où le coefficient σ représente la conductivité du milieu exprimée en siemens par mètre ($\Omega^{-1} m^{-1}$).

Pour un conducteur parfait, on aurait :

$$\sigma = \infty \quad |\vec{J}| < \infty \quad (\text{III.20})$$

$$\begin{cases} \vec{E} = 0 \\ \vec{H} = 0 \\ \vec{J} = 0 \end{cases} \quad (\text{III.21})$$

Le courant ne peut donc exister que sous forme de courant de surface.

3.3.2. Milieux diélectriques

Un diélectrique parfait présenterait une conductivité nulle, et ne pourrait contenir ni charges libres, ni courant de conduction. En fait, un corps donné est plus ou moins conducteur et plus ou moins diélectrique, suivant la fréquence.

C'est le rapport $\sigma/\omega\varepsilon'$ (ω étant la pulsation, $\omega = 2\pi f$) qui indique les importances relatives du courant de conduction, c'est-à-dire du caractère conducteur du milieu (σ), et du courant de déplacement, c'est-à-dire de son caractère diélectrique ($\omega\varepsilon'$).

Pour un bon conducteur ($\sigma/\omega\varepsilon' \gg 1$) et pour un bon diélectrique ($\sigma/\omega\varepsilon' \ll 1$).

4. Propagation guidée [32-35, 70-73]

4.1. Guides d'onde

Les courants continus ou de basse fréquence se propagent sur de simples fils conducteurs. Il en va différemment en haute fréquence où le fil conducteur devient une antenne. Si l'on désire canaliser le rayonnement, on doit avoir recours à des conducteurs cylindriques creux, de section quelconque, mais habituellement rectangulaire, circulaire, elliptique ou coaxiale, dont les dimensions sont en rapport avec la longueur d'onde. La propagation sur une ligne de transmission ou un guide d'ondes est déterminée par l'étude de la distribution des champs électromagnétique dans la structure générale indiquée dans la Figure (III.2) :

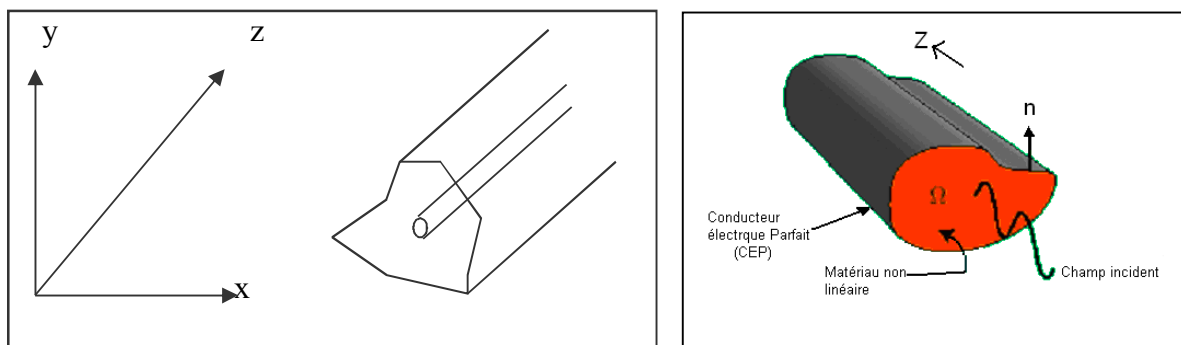


Figure (III. 4). Structure d'un guide d'ondes

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

La caractérisation d'un guide consiste à déterminer la manière dont l'énergie s'y propage. en chaque point du plan de section droite du guide, cette énergie peut être caractérisée à partir des composant transversales des champs électrique \vec{E} et magnétique \vec{H} .

Ces champs sont liés par les équations de Maxwell [32-36] qui s'expriment comme suit :

$$\nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} = j\omega \vec{B} = -j\omega \mu \vec{H} \quad (\text{III.22})$$

$$\nabla \times \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} = \rho + j\omega \vec{D} = (\sigma - j\omega \varepsilon) \vec{E} \quad (\text{III.23})$$

$$\nabla \cdot \vec{D} = \rho \quad (\text{III.24})$$

$$\nabla \cdot \vec{H} = 0 \quad (\text{III.25})$$

Où :

\vec{B} : Induction magnétique.

\vec{D} : Déplacement électrique.

ρ : Densité de charge locale.

\vec{J} : Densité de courant de conduction.

$\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon''$: Permittivité complexe du milieu.

$\mu = \mu' + j\mu''$: Perméabilité complexe du milieu.

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

Où

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

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

$$\lambda_g = \frac{2\pi}{\beta} \quad (\text{III.26})$$

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

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

On peut résumer ces conditions comme suit:

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

$$\begin{cases} \vec{n} \times (\vec{E}_1 - \vec{E}_2) = 0 \\ \vec{n} \times (\vec{H}_1 - \vec{H}_2) = 0 \end{cases} \quad (\text{III.27})$$

Où

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

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

$$\vec{n} \times \vec{E}_1 = 0 \quad (\text{III.28})$$

Alors que pour un conducteur magnétique parfait, on aurait

$$\vec{n} \times \vec{H}_1 = 0 \quad (\text{III.29})$$

4.2. Classification des modes de propagation

Trois cas de modes peuvent être isolés :

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

La dimension transversale des guides impose les conditions de propagation. Il existe en général, pour chaque mode, une fréquence de coupure en dessous de laquelle il ne peut être propagé ; la constante de propagation qui lui est associée est réelle, le mode est dit évanescent pour certains modes qui n'ont pas de fréquence de coupure par exemple le mode TEM.

4.3. Diagramme de dispersion

Dans un guide d'ondes sans pertes l'exposant de propagation prend la forme :

$$\gamma = \alpha - j\beta = \sqrt{p^2 - k^2} = \sqrt{p^2 - \left(\frac{\omega}{c}\right)^2} \quad (\text{III.30})$$

Où p et k sont dits : nombres d'ondes Avec :

$$k = \omega\sqrt{\varepsilon\mu} = \frac{\omega}{c} \quad (\text{III.31})$$

et p est un nombre dépendant de la section droite du guide (forme, et dimensions), ainsi que la distribution des champs du mode considéré dans le plan transverse, et non du milieu remplissant le guide. Il est toujours réel quand le guide est homogène. Le diagramme représentant α et β en fonction de la fréquence est appelé diagramme de dispersion.

4.4. Bandes de fréquences, modes dominants, modes supérieurs

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

- $f < f_{c1}$: aucun mode ne peut se propager, et les champs décroissent avec la distance. Le guide sera employé comme affaiblisseur.
- $f_{c1} < f < 1.25f_{c1}$: un seul mode, le mode dominant, peut se propager, il présente toutefois une grande dispersion, de sorte que cette bande de fréquence n'est en général pas employée pour transmettre l'information.
- $1.25f_{c1} < f < f_{c2}$: Un seul mode se propage qui est le mode dominant. La dispersion est généralement acceptable dans cette bande.
- $f > 1.25f_{c2}$: Plusieurs modes peuvent se propager, le mode dominant et d'autres modes, qui n'ont pas les mêmes affaiblissements et vitesses de propagation. Ceci entraîne une distorsion du signal, ce qui empêche de travailler dans cette bande de fréquences [40].

4.5. Impédance d'onde

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

$$E = E_0 \exp(j\omega y - \gamma z) \quad (\text{III.32})$$

$$H = H_0 \exp(j\omega y - \gamma z) \quad (\text{III.33})$$

Les deux champs de l'onde plane sont perpendiculaires entre eux, et portés par un plan perpendiculaire à la direction z de propagation.

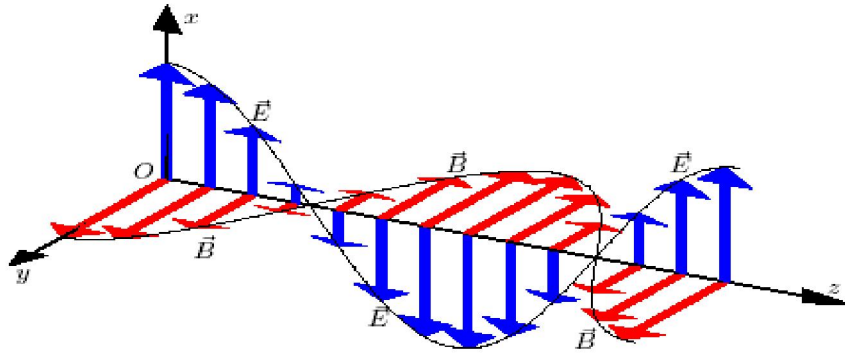


Figure (III. 5). Représentation des deux champs (\vec{E}) et (\vec{H}) pour une onde électromagnétique

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

$$\begin{cases} E_t(z, r_t) = U_e(z)E_T(r_t) \\ H_t(z, r_t) = I_e(z)E_T(r_t) \end{cases} \quad (\text{III.34})$$

Où l'indice t représente la composante transverse du champ, alors que T spécifie la partie dépendante de coordonnée transverse. La tension U_e et le courant I_e sont des grandeurs proportionnelles aux champs électrique et magnétique transverses dans le guide. Ils ne présentent pas une tension et un courant existant effectivement à un quelconque emplacement dans ce guide. Le quotient U_e de ces deux grandeurs est appelé impédance d'onde, on le désigne notamment par η [40]

$$\eta = \frac{E_x}{H_y} \quad (\text{III.35})$$

Cette grandeur est aussi caractéristique du milieu dans lequel l'onde se propage.

Ainsi dans le vide, sa valeur est :

$$\eta_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = 120\pi \quad (\text{III.36})$$

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

$$\xi = \frac{1+\Gamma}{1-\Gamma} = \frac{E_{max}}{E_{min}} \quad (\text{III.37})$$

$$\Gamma = \frac{E_r}{E_i} \quad (\text{III.38})$$

Γ : Peut être défini quel que soit le mode, et il est mesurable à toute les fréquences tel que :

E_r : Champ électrique réfléchi

E_i : Champ électrique incident

4.6. Etude du guide d'onde rectangulaire

4.6.1. Guide d'onde rectangulaire [32-36, 40]

La séparation des équations de Maxwell (III.11) à (III.14) en composantes longitudinales et transversales et leurs développements permet d'aboutir aux équations différentielles de Helmholtz :

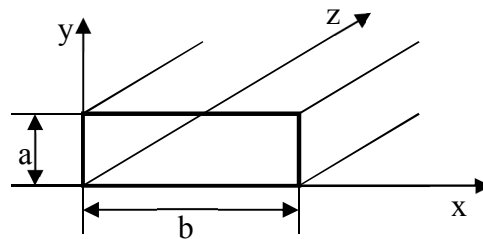


Figure (III. 6). Guide d'onde rectangulaire

Pour le mode TE

$$\nabla_t^2 H_z + \frac{\partial^2 H_z}{\partial z^2} + k^2 H_z = 0 \quad (\text{III.39})$$

Pour un mode TM

$$\nabla_t^2 E_z + \frac{\partial^2 E_z}{\partial z^2} + k^2 E_z = 0 \quad (\text{III.40})$$

L'opérateur ∇_t^2 désigne la partie transversale. En faisant usage à la séparation des variables, on aura :

$$\begin{cases} \nabla_t^2 X_z + p^2 X_z = 0 \\ \frac{\partial^2 X_z}{\partial z^2} + \gamma^2 X_z = 0 \\ p^2 + \gamma^2 = k^2 \end{cases} \quad (\text{III.41})$$

Où X représente H ou E respectivement

➤ Pour le mode TM :

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + k^2\right)\Phi = 0 \quad (\text{III.42})$$

Avec Φ (flux magnétique)= 0 sur les parois.

➤ Pour le mode TE :

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + k^2\right)\Psi = 0 \quad (\text{III.43})$$

Avec

$$\frac{\partial \Psi}{\partial n} = 0 \quad (\text{III.44})$$

La dérivé du flux électrique sur les parois est nulle.

4.6.2. Etude des modes transverses magnétiques (TM)

En utilisant la méthode de séparation des variables, on pourrait écrire l'équation précédente sous la forme :

$$\Phi = X(x).Y(y) \quad (\text{III.45})$$

La substitution de (III.45) dans (III.42) donne :

$$\frac{1}{X} \frac{\partial^2 X}{\partial x^2} + \frac{1}{Y} \frac{\partial^2 Y}{\partial y^2} + k^2 = 0 \quad (\text{III.46})$$

En posant :

$$\frac{1}{X} \frac{\partial^2 X}{\partial x^2} = -\alpha^2, \quad \frac{1}{Y} \frac{\partial^2 Y}{\partial y^2} = \beta^2 \quad (\text{III.47})$$

Nous obtenons la condition :

$$\alpha^2 + \beta^2 = k^2 \quad (\text{III.48})$$

L'intégration des équations (III.46) est immédiate et donne :

$$\begin{cases} X = A_1 \cos(\alpha x) + A_2 \cos(\alpha x) \\ Y = B_1 \cos(\beta y) + B_2 \cos(\beta y) \end{cases} \quad (\text{III.49})$$

D'où :

$$\Phi(x, y) = (A_1 \cos(\alpha x) + A_2 \cos(\alpha x))(B_1 \cos(\beta y) + B_2 \cos(\beta y)) \quad (\text{III.50})$$

Les conditions aux limites sur les parois ($\Phi = 0$), ainsi que la condition de la normalisation

$$\int_0^b \int_0^a \Phi^2(x, y) dx dy = \frac{1}{k^2} \quad (\text{III.51})$$

L'équation (III.40) permet de déterminer les constantes A_1 et A_2 , B_1 B_2 , α et β [40].

Nous obtenant enfin :

$$\Phi(x, y) = \frac{2}{\pi(m^2\frac{b}{a}+n^2\frac{a}{b})^{1/2}} \sin\left(\frac{m\pi}{a}x\right) \sin\left(\frac{n\pi}{b}y\right) \quad (\text{III.52})$$

Le champ électrique transverse dérivé du potentiel Φ , le champ magnétique lui étant perpendiculaire :

$$E_t = (\nabla\Phi)\exp(\pm\gamma z), \left(\frac{\mu}{\varepsilon}\right)^{1/2} H_t = (e_z \times \nabla\Phi)\exp(\pm\gamma z) \quad (\text{III.53})$$

On obtient ainsi, en négligeant les pertes, les composantes du Mode TM :

$$\begin{cases} E_{X_{mn}} = \pm j\beta \frac{2}{\pi(m^2\frac{b}{a}+n^2\frac{a}{b})^{1/2}} \left(\frac{m\pi}{a}\right) \cos\left(\frac{m\pi}{a}x\right) \sin\left(\frac{n\pi}{b}y\right) \exp(j\beta z) \\ E_{Y_{mn}} = j\beta \frac{2}{\pi(m^2\frac{b}{a}+n^2\frac{a}{b})^{1/2}} \left(\frac{n\pi}{b}\right) \sin\left(\frac{m\pi}{a}x\right) \cos\left(\frac{n\pi}{b}y\right) \exp(j\beta z) \\ E_{Z_{mn}} = k^2 \frac{2}{\pi(m^2\frac{b}{a}+n^2\frac{a}{b})^{1/2}} \sin\left(\frac{m\pi}{a}x\right) \sin\left(\frac{n\pi}{b}y\right) \exp(j\beta z) \end{cases} \quad (\text{III.54})$$

On a

$$H_{X_{mn}} = -\frac{1}{Z_c} E_{Y_{mn}}, \quad H_{Y_{mn}} = \frac{1}{Z_c} E_{X_{mn}} \quad \text{et} \quad H_{Z_{mn}} = 0$$

Et
$$\beta = \sqrt{p^2 + k^2}, \quad Z_c = \frac{\beta}{\omega\varepsilon}, \quad k = \left[\left(m\frac{b}{a}\right)^2 + \left(n\frac{a}{b}\right)^2 \right]$$

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

La longueur d'onde de coupure aura la valeur [2, 3] :

$$\lambda_{c,mn} = \frac{2\pi}{k} = \frac{2\pi}{\left[\left(m\frac{b}{a}\right)^2 + \left(n\frac{a}{b}\right)^2 \right]^{1/2}} \quad (\text{III.55})$$

D'où la pulsation de coupure :

$$\omega_{c,mn} = \frac{2\pi c}{\lambda} = \frac{1}{\sqrt{\varepsilon\mu}} \left[\left(m \frac{b}{a} \right)^2 + \left(n \frac{a}{b} \right)^2 \right]^{1/2} \quad (\text{III.56})$$

4.6.3. Etude des modes transverses électriques (TE)

Cette étude s'effectue de façon analogue à partir de l'équation (III.41) et des conditions aux limites aux parois, ainsi que la condition de normalisation ; ce qui permet d'aboutir à :

$$\left\{ \begin{array}{l} H_{X_{mn}} = -j\beta \frac{2}{\pi(m^2 \frac{b}{a} + n^2 \frac{a}{b})^{1/2}} \left(\frac{m\pi}{a} \right) \sin \left(\frac{m\pi}{a} x \right) \cos \left(\frac{n\pi}{b} y \right) \exp(j\beta z) \\ H_{Y_{mn}} = -j\beta \frac{2}{\pi(m^2 \frac{b}{a} + n^2 \frac{a}{b})^{1/2}} \left(\frac{n\pi}{b} \right) \cos \left(\frac{m\pi}{a} x \right) \sin \left(\frac{n\pi}{b} y \right) \exp(j\beta z) \\ H_{Z_{mn}} = \beta \frac{2}{\pi(m^2 \frac{b}{a} + n^2 \frac{a}{b})^{1/2}} \cos \left(\frac{m\pi}{a} x \right) \cos \left(\frac{n\pi}{b} y \right) \exp(j\beta z) \\ E_{Z_{mn}} = k^2 \frac{2}{\pi(m^2 \frac{b}{a} + n^2 \frac{a}{b})^{1/2}} \sin \left(\frac{m\pi}{a} x \right) \cos \left(\frac{n\pi}{b} y \right) \exp(j\beta z) \end{array} \right. \quad (\text{III.57})$$

On a

$$\begin{aligned} E_{X_{mn}} &= Z_c H_{Y_{mn}}, \quad E_{Y_{mn}} = -Z_c H_{X_{mn}} \quad \text{et} \quad E_{Z_{mn}} = 0 \\ \text{et} \quad \beta &= \sqrt{p^2 - k^2}, \quad Z_c = \mu\omega, \quad k = \left[\left(m \frac{b}{a} \right)^2 + \left(n \frac{a}{b} \right)^2 \right] \end{aligned} \quad (\text{III.58})$$

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

Le mode dominant est celui qui admet la fréquence de coupure la plus basse, c'est le mode TE₁₀. Dans ce cas nous avons :

$$\lambda_{c(10)} = 2a$$

D'où

$$\omega_{c(10)} = \frac{\pi}{\sqrt{\varepsilon\mu} a} \quad (\text{III.59})$$

4.6.4. Ondes stationnaires [40]

Soit une onde TE₁₀ se propageant dans un milieu caractérisé par une permittivité complexe :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0(\varepsilon' - j\varepsilon'')$$

Les équations des champs seront déduites donc à partir (III.54) et valent :

$$\begin{cases} E_y = E_0 \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \exp(j\omega t - \gamma z) \\ E_y = 0 \\ E_z = 0 \end{cases} \quad (\text{III.60})$$

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

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

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

$$E_y^i = E_0^i \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \exp(-\gamma z) \exp(j\omega t) \quad (\text{III.61})$$

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

$$E_y^r = E_0^r \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \exp(+\gamma z) \exp(j\omega t) \quad (\text{III.62})$$

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

Γ est un coefficient de réflexion complexe, qui caractérise la plaque diélectrique terminale.

Posons :

$$\Gamma = -\exp(-2w) = -\exp(-2(u + jv)) \quad (\text{III.63})$$

En avant du dioptré terminal, le champ total est :

$$E_y^t = E_y^i + E_y^r \quad (\text{III.64})$$

L'utilisation des équations (III.61) et (III.62) permet d'aboutir finalement à :

$$E_y^t = 2E_0^i \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \exp(-w) \operatorname{sh}(w + \gamma z) \exp(j\omega t) \quad (\text{III.65})$$

Le terme de propagation en $\exp(-\gamma z)$ a disparu de cette expression. On a une onde stationnaire.

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

$$|E_y^t|^2 = (2 E_0^i)^2 \sin\left(\frac{\pi x}{a}\right) \exp(-2w) (sh^2(u + \alpha z) + \sin^2(v + \beta z)) \quad (\text{III.66})$$

On peut distinguer trois cas particuliers :

Premier cas :

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

Alors :

$$|E_y^t|^2 = 4(E_0^i)^2 \sin^2\left(\frac{\pi x}{a}\right) \sin^2(\beta z) \quad (\text{III.67})$$

Deuxième cas :

Propagation dans le vide ($\alpha = 0, \gamma = j\beta$), avec un diélectrique (Γ Complexe $u \neq 0, w \neq 0$).

Quand on se déplace suivant l'axe des z, $|E_y|^2$ varie sinusoidalement.

On appelle taux d'ondes stationnaires (TOS) le rapport :

$$\theta = \frac{|E_t|_{max}}{|E_t|_{min}} \quad (\text{III.68})$$

$$\theta = \frac{|sh^2(u)+1|^{1/2}}{sh(u)} = \frac{1}{th(u)} = \frac{1 + \exp(2u)}{1 - \exp(2u)} \quad (\text{III.69})$$

Ce TOS est lié au coefficient de réflexion Γ par la formule :

$$\theta = \frac{1 + |\Gamma|}{1 - |\Gamma|} \quad (\text{III.70})$$

Troisième cas :

Propagation dans le diélectrique (γ complexe) avec un guide terminé par un court-circuit ($\Gamma = -1, w = 0$)

$$|E_y^t|^2 = 4(E_0^i)^2 \sin^2\left(\frac{\pi x}{a}\right) (sh^2(\alpha z) + \sin^2(\beta z)) \quad (\text{III.71})$$

5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté de manière brève, des rappels relatifs aux bases de l'électromagnétisme, qui servent à expliquer les techniques de mesures électromagnétiques des propriétés diélectriques, qui seront utilisées par la suite dans la caractérisation de nos matériaux. Dans ce contexte les équations de Maxwell, appliquées à un milieu hétérogène constitué de phases homogènes peuvent nous aidé à la formulation de certaines hypothèses sur la géométrie du mélange, en raison de l'importance des interactions des ondes électromagnétiques-matière. Par la suite, nous avons présenté les différentes notions des guides d'ondes rectangulaires ainsi qu'une étude détaillée spécialement sur les modes transverse magnétique, transverse électrique et les ondes stationnaires.



Chapitre IV
Protocole expérimental

1. Introduction

Dans le présent chapitre, nous présentons le volet expérimental de cette étude en commençant par les techniques de caractérisation des matériaux. En revanche, l'élaboration de nouveaux milieux matériels pour des applications micro-ondes ne peut se faire correctement que si ces matériaux font l'objet de caractérisation électromagnétique.

Une telle caractérisation nécessite des équipements appropriés associés à des techniques et des méthodes expérimentales convenables et adaptées à la nature matérielle des milieux traités, ainsi qu'aux résultats et grandeurs recherchés par cette caractérisation. Le mode de préparation des échantillons, Les matériaux utilisés dans la réalisation de nos matériaux composites qui sont à base de BaTiO₃, et Cu₂O et la Résine qui joue le rôle de matrice qui enrobe et lie les grains des poudres, et minimise ainsi le volume des pores d'air. Les caractéristiques techniques des matériaux ainsi que leurs propriétés physiques cités précédemment sont présentées dans le chapitre II.

2. Systèmes de mesure en hautes fréquences

En hyperfréquences, la permittivité complexe de la matière peut être déterminée par les techniques des guides d'ondes, des cavités résonnantes ou en espaces libre [15]. Les méthodes de mesure en espace libre sont les mieux recommandées pour la détermination de la permittivité et la perméabilité complexes, en large bande de fréquences. Toutefois, la précision des mesures n'est pas bonne à cause des effets de diffraction autour de l'échantillon à caractériser ainsi que les réflexions multiples entre les cornets d'antennes de transmissions et de réception, pour ces raisons, nous avons préféré travailler en propagation guidée, à fréquence fixe ou en large bande avec l'analyseur de réseaux.

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

- Un domaine fréquentiel [74-75] : basé sur l'emploi d'analyseurs de réseaux vectoriels et scalaires composées d'une source hyperfréquence et des dispositifs de séparation des signaux.
- Un domaine temporel [67- 68, 76-79] : en employant des oscilloscopes échantillonneurs programmables, pour la génération de l'échelons, associés à un ensemble de tests.

Le principe de base de toutes les techniques de mesure citée, repose sur la mesure des coefficients de réflexion et/ou de transmission à partir desquels les paramètres ϵ et μ du matériau sont tirés.

2.1. Mesures en hautes fréquences

Lorsqu'on monte on fréquence, il est plus difficile d'utiliser des circuits extérieurs car les constantes ne sont pas plus localisées et il faut une mesure de référence dans le plan de l'échantillon. Le principe de mesure consiste alors à déterminer le coefficient de réflexion, ou de transmission, de l'onde électromagnétique sur, ou à travers l'échantillon [32-36].

Il existe deux types de mesures, suivant la fréquence de l'onde utilisée :

- Les mesures en ligne de transmissions (propagation guidée).
- Les mesures interférométriques en espace libre.

2.1.1. Mesures en lignes de transmission

Les mesures classiques sont basées sur l'utilisation de lignes à fente [32-36]. Cette structure permet de plonger une antenne associée à un détecteur dans la ligne contenant l'échantillon, afin de mesurer le taux d'ondes stationnaires qui est directement relié au coefficient de réflexion. L'utilisation de la ligne à fente nécessite un déplacement mécanique du détecteur et ne permet donc pas une automatisation aisée des mesures. Il est alors possible d'utiliser un analyseur de réseaux qui donne pour chaque fréquence les valeurs des paramètres de la matrice (S) d'un quadripôle, qui peut être la cellule avec diélectrique, et on a donc accès au coefficient de réflexion qui est le paramètre S_{11} .

2.1.2. Mesures en propagation guidée

Nous avons réalisé des mesures en propagation guidée, dans ce cas l'onde électromagnétique est confinée dans un espace fini ce qui facilite le contrôle et la détermination de ses caractéristiques [32-36]. Pour la caractérisation de matériaux en propagation guidée, une cellule de mesure, dans laquelle est placée l'échantillon à caractériser constitue l'ensemble hyperfréquence. Ainsi il est possible, avec un traitement informatique de déterminer les caractéristiques électromagnétiques.

La détermination en propagation guidée des électromagnétiques ε^* et μ^* peut se faire par différentes méthodes de mesures. Les méthodes utilisant la simple réflexion [67-68] dans ce cas, nous avons un seul élément de mesure qui est la réflexion. Ainsi, pour déterminer les caractéristiques électromagnétiques, il est nécessaire d'avoir deux structures différentes de mesures, comme deux échantillons de longueurs différentes, des courts circuits décalés, etc. Les techniques utilisant à la fois la réflexion et la transmission.

2.1.3. Structure de propagation

Les mesures en propagation guidée peuvent se faire avec plusieurs types guides [76-79]. Le plus couramment utilisé pour les mesures en large bande de fréquence, est le guide coaxial. D'autres types de guides sont aussi utilisables, comme les guides rectangulaires. Le guide à utiliser sera choisi en fonction de la nature de l'échantillon à étudier et de sa forme suite à l'usinage : cylindrique creux ou parallélépipédique

a. Guide coaxial

L'emploi de guides coaxiaux rend possible la réalisation de mesure sur une large bande de fréquence [32-36]. L'utilisation de ce type de guides dans son mode fondamental, c'est à dire en mode transverse électromagnétique (TEM), va de la fréquence nulle jusqu'à la fréquence d'apparition d'un mode d'ordre supérieur susceptible d'être excité (E_{11}). La fréquence de coupure de ce mode s'exprime en Hertz par la relation approchée suivante :

$$f_c = \frac{2}{\pi\sqrt{\varepsilon_0\mu_0}} \frac{1}{\pi\sqrt{\varepsilon_r\mu_r}} \frac{1}{(a+b)} \quad (\text{IV.1})$$

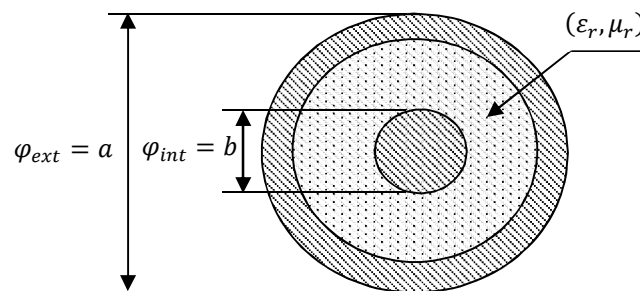


Figure (IV. 1). Section d'un guide d'onde coaxial

Où a et b représentent les diamètres intérieur et extérieur du guide coaxial, sont exprimés en mètres. Ces guides ont des dimensions standard. En mode TEM, leur impédance caractéristique est égale à 50Ω ; ce qui correspond à un rapport $\varphi_{ext}/\varphi_{int}$ égal à environ 2,3. Nous rappelons la relation de l'impédance caractéristique Z_c pour un guide coaxial :

$$Z_c = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\mu_r\mu_0}{\varepsilon_0\varepsilon_r}} \log\left(\frac{a}{b}\right) \quad (\text{IV.2})$$

Dans la le Tableau (IV.1), nous regroupons, les fréquences de coupures des différents standards de guides coaxiaux d'ont l'impédance caractéristique en mode TEM est $Z_c = 50\Omega$: Général Radio GR, standard 7mm (connecteur de type AP), standard 3,5 mm ou SMA (connecteur de type APC3,5 ou SMA), standard 2,4mm (connecteur de type APC2,4).

Tableau (IV. 1). Quelques standards des guides d'ondes coaxiaux

	φ_{int}	φ_{ext}	$f_c(\text{GHz})$
Standard GR	6,20	14,28	9,3
Standard 7 mm	3,04	7,0	19
Standard 3,5 mm	1,52	3,5	38
Standard 2,4 mm	1,04	2,4	55,5

b. Guide rectangulaire

L'utilisation de ce type de guide a été adaptée aux mesures en propagation guidée en prenant en compte les longueurs d'ondes de coupure [32-36]. Le schéma général d'un guide rectangulaire est donné avec les dimensions par la figure (IV.2)

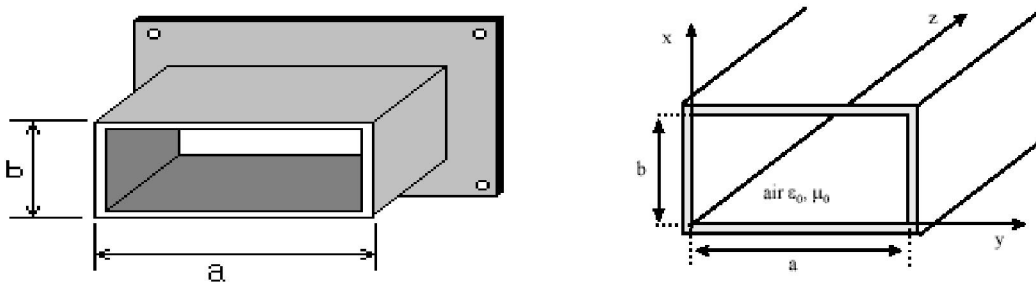


Figure (IV. 2). Section d'un guide rectangulaire

Pour ce type de guide, nous regroupons dans le Tableau (IV.2) les bandes de fréquence d'utilisation et les caractéristiques géométriques associés.

Tableau (IV. 2). Caractéristiques des guides rectangulaires bande X et Ku

	$f_{\text{min}}(\text{GHz})$	$f_{\text{max}}(\text{GHz})$	a (mm)	b(mm)
Bande X	8,2	12,4	22,86	10,16
Bande Ku	12,4	18	15,799	7,899

2.2. Cellules de mesures

La cellule coaxiale de mesure est l'interface [32-36] entre les champs électromagnétiques et l'échantillon à caractériser. Le choix d'une cellule de caractérisation diélectrique dépend essentiellement de la forme de l'échantillon, de sa nature, ainsi que la fréquence utilisée. Nous nous intéressons ici qu'aux échantillons solides pour lesquels nous allons citer les différentes cellules généralement utilisées :

Deux types de cellules sont utilisés couramment : On distingue les cellules utilisant un simple tronçon de ligne et les cellules utilisant un porte échantillon.

2.2.1. Tronçon de ligne

La cellule utilisant des guides d'ondes rectangulaires dans le standard bande X

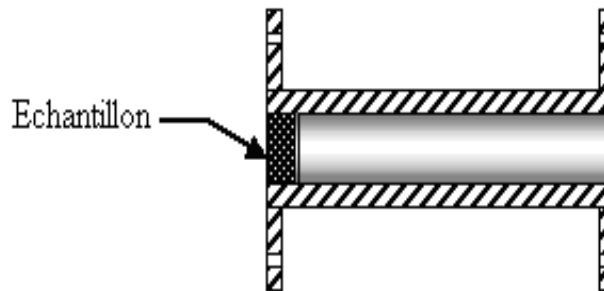


Figure (IV. 3). Cellule guide rectangulaire

2.2.2. Cellules porte-échantillon

Elles sont utilisées pour éviter les problèmes délicats du démontage et du remontage de la ligne lors de l'installation de l'échantillon. Suivant les standards, les échantillons sont usinés aux dimensions internes des différents guides utilisés. La précision relative à l'usinage et la qualité des contacts échantillon cellule est une source d'erreurs de mesures. Elles seront limitées si l'usinage des échantillons est précis.

3. Mesure à fréquence fixe

3.1. Méthode utilisée

Parmi toutes les méthodes de mesure des permittivités complexes en guide d'onde, on s'est intéressé à la méthode du court-circuit. C'est la méthode qui se prête le mieux à l'étude des permittivités complexes des diélectriques [32-36]. La grande précision de mesure que l'on peut atteindre avec cette méthode est due au fait que l'onde électromagnétique traverse deux fois

l'échantillon. La mesure du coefficient de réflexion en avant de la lame est une mesure globale tenant compte de toutes les réflexions multiples sur la lame et dans la lame.

3.2. Description du dispositif de mesure

Le banc de mesure à fréquence fixe, que nous avons utilisé est représenté sur la Figure (IV.4).

On peut le décomposer en trois parties :

- Générateur hyperfréquence
- Le mesureur d'ondes stationnaires.
- Les composants auxiliaires.

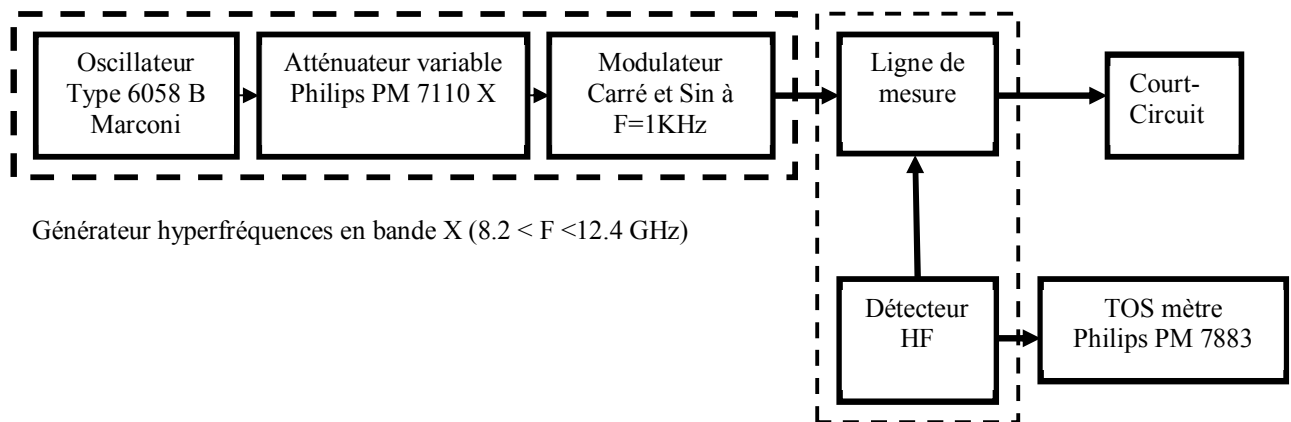


Figure (IV. 4). Schéma bloc du banc de mesure à fréquence fixe

3.2.1. Générateur hyperfréquence

C'est un oscillateur accordable travaillant en bande X, de type 6058 b marconi, il délivre une puissance hyperfréquence ajustable de 10mW à 30 mW et ceci par un atténuateur variable intégré de type PM7110 X Philips. Le signal délivré est modulé par un signal carré ou sinusoïdal de fréquence 1KHz. On augmente ainsi la sensibilité de la mesure [32-36]. La modulation peut se faire par un signal externe à travers un connecteur.

3.2.2. La ligne de mesure

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

- 1- D'un tronçon de ligne, à la surface duquel une fente longitudinale a été usinée sur une longueur d'onde [32-36], Cette fente ne va pas couper les lignes de courant. La ligne est dotée d'une règle qui permet la mesure du déplacement effectué correspondant à un minimum et un maximum de champ.

- 2- Un chariot que l'on peut déplacer avec une grande précision, le long du tronçon de ligne fendue.
- 3- Une sonde capacitive très fine portée par le chariot et qui peut pénétrer par la fente à l'intérieure de la ligne pour prélever un signal proportionnel au champ électrique E_y^t .

3.2.3. Le détecteur [3]

Il s'agit d'un redresseur à semi-conducteur, conçu spécialement pour travailler en hyperfréquences, c'est-à-dire ayant un faible temps de transit des porteurs et une faible capacité parasite. Après détection, la tension mesurée sera proportionnelle à $|E_y^t|^2$.

Le dispositif constitué de la ligne de mesure et la diode détectrice est appelé mesureur d'ondes stationnaires (MOS), on pourrait donc à l'aide de cet appareil relever les variations de $|E_y^t|^2$ avec z , c'est-à-dire la structure d'ondes stationnaires dans le guide. Il faut noter que la tension aux bornes de la diode ne doit pas être grande, pour que les tensions d'ordre de puissance supérieur à un, soient négligées dans l'équation de la caractéristique de la diode.

On aura ainsi après développement un courant continu proportionnel au carré de la tension continue donc à la puissance du signal hyperfréquence d'où l'appellation de "détecteur quadratique". La détection quadratique est réalisée en atténuant le signal provenant du générateur et en ajustant l'enfoncement de la sonde dans la ligne de mesure à travers la fente. Le signal redressé issu du détecteur est amplifié à l'aide d'un amplificateur intégré de gain important et très sélectif pour réduire le bruit et éviter aussi les problèmes de dérive; cet amplificateur à deux bandes la première de 20Hz et la deuxième de 100 Hz, et où nous avons choisi de travailler dans la première.

Le *TOS* mètre est gradué en *dB* et en valeurs de *TOS* naturel.

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

Le *TOS* naturel est donné directement par le rapport :

$$TOS = \frac{U_{max}}{U_{min}} \quad (IV.3)$$

Alors le *TOS* en (*dB*) sera :

$$TOS(dB) = 20 \text{Log} \left(\frac{U_{max}}{U_{min}} \right) \quad (IV.4)$$

3.3. Détermination de la permittivité complexe

3.3.1. Etude théorique

Considérons un guide d'ondes propageant le mode TE_{10} terminé par un court-circuit et un diélectrique d'épaisseur "e" comme c'est indiqué dans la Figure (IV.5) qui illustre schématiquement la méthode pour la détermination de la permittivité efficace et la perméabilité du composite. Pourvu que la longueur d'ondes libre spatiale, $\lambda_0 \gg d$, nous inversions Les expressions pour la collation complexe et transmission coefficients remplaçant ainsi le matériau par un moyen équivalent homogène caractérisé par ϵ_{ef} et μ_{ef} .

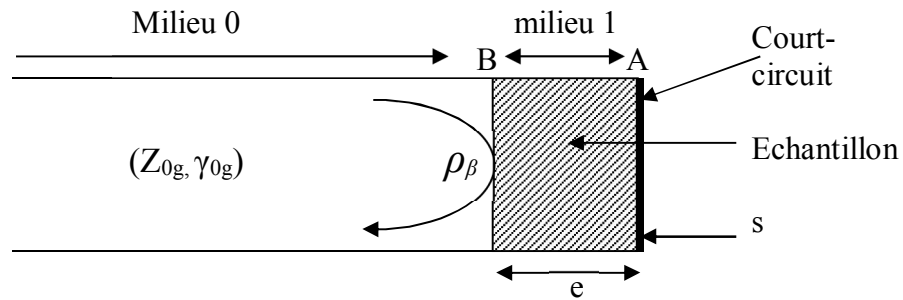


Figure (IV. 5). Guide d'ondes rempli par le diélectrique et court-circuit

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

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

$$E(z, t) = E(t) [e^{+\gamma_{1g} \cdot e} + \rho_A e^{-\gamma_{1g} \cdot e}] \quad (IV.5)$$

$$H(z, t) = \frac{E(t)}{Z_{1g}} [e^{+\gamma_{1g} \cdot e} - \rho_A e^{-\gamma_{1g} \cdot e}] \quad (IV.6)$$

Le coefficient de réflexion en A est :

$$\rho_A = \frac{Z_A - Z_{1g}}{Z_A + Z_{1g}} \quad (IV.7)$$

$$Z_B = \frac{E(z,t)}{H(z,t)} = Z_{1g} \frac{Z_A - Z_{1g} \tanh(Z_{1g} \cdot e)}{Z_{1g} + Z_A \tanh(Z_{1g} \cdot e)} \quad (IV.8)$$

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

$$Z_B = Z_{1g} \tanh(\gamma_{1g} \cdot e) \quad (IV.9)$$

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

$$Z_1 = \frac{Z_B}{Z_{1g}} = \text{Tanh}(\gamma_{1g} \cdot e) \quad (\text{IV.10})$$

Et

$$Z_0 = \frac{Z_B}{Z_{0g}} = \frac{Z_{1g}}{Z_{0g}} \text{Tanh}(\gamma_{1g} \cdot e) \quad (\text{IV.11})$$

Or, avec les relations suivantes :

$$\gamma^2 + \varepsilon\mu\omega^2 = 0 \text{ et } z = \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} \quad (\text{IV.12})$$

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

$$Z_{0g}Y_{0g} = Z_{1g}Y_{1g} = j\omega\mu\varepsilon \quad (\text{IV.13})$$

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

$$Y_{0g} = j\beta_{0g} = j \frac{2\pi}{\lambda_{0g}} \quad (\text{IV.14})$$

D'où :

$$\frac{Z_{1g}}{Z_{0g}} = \frac{Y_{1g}}{Y_{0g}} = j \frac{2\pi}{\lambda_{0g}} \frac{1}{Y_{1g}} \quad (\text{IV.15})$$

λ_{0g} étant la longueur d'onde guidée, à partir de (IV.10) et (IV.14) :

$$Z_0 = j \frac{2\pi}{\lambda_{0g}} \frac{\text{Tanh}(\gamma_{1g} \cdot e)}{\gamma_{1g} \cdot e} \quad (\text{IV.16})$$

La résolution de l'équation de propagation :

$$\Delta E - \varepsilon\mu \frac{\partial^2 E}{\partial t^2} = 0 \quad (\text{IV.17})$$

Cette dernière équation donne pour un mode TE_{10} :

$$\frac{\pi^2}{\lambda_c^2} E + \gamma_{1g}^2 E = -\varepsilon\mu\omega^2 E \quad (\text{IV.18})$$

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

$$\gamma_{1g} = 2\pi \sqrt{\frac{1}{\lambda_c^2} - \frac{\epsilon_1 \mu_1}{\lambda_0^2}} \quad (\text{IV.19})$$

λ_0 étant la longueur d'onde dans le vide.

En prenant $\mu_1=1$, et à partir de (IV.15) et (IV.18) l'impédance réduite z_0 sera reliée à la permittivité complexe par :

$$z_0 = j \frac{1}{\lambda_{0g}} \frac{\text{Tanh}\left(2\pi \cdot e \left(\sqrt{\frac{1}{\lambda_c^2} - \frac{\epsilon_1}{\lambda_0^2}}\right)\right)}{2\pi \cdot e \sqrt{\frac{1}{\lambda_c^2} - \frac{\epsilon_1}{\lambda_0^2}}} \quad (\text{IV.20})$$

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

$$Z_m = Z_{0g} \frac{1-|\rho_B|}{1+|\rho_B|} = \frac{Z_{0g}}{\theta} \quad (\text{IV.21})$$

Comme l'impédance réduite $z_M = \frac{Z_m}{Z_{0g}}$ est reliée à l'impédance réduite z_0 par

$$Z_m = Z_{0g} \frac{z_0 - \text{Tanh}(\gamma_{0g} \cdot d_m)}{1 + z_0 \text{Tanh}(\gamma_{0g} \cdot d_m)} = \frac{1}{\theta} \quad (\text{IV.22})$$

d_m Représente la distance entre le minimum du champ et le plan passant par B. comme

$\gamma_{0g} = j\beta_{0g}$, l'équation (IV.19) s'écrit :

$$\frac{1}{\theta} = \frac{z_0 - \text{Tan}\left(\frac{2\pi \cdot d_m}{\lambda_{0g}}\right)}{1 + jz_0 \cdot \text{Tan}\left(\frac{2\pi \cdot d_m}{\lambda_{0g}}\right)} \quad (\text{IV.23})$$

D'où

$$z_0 = \frac{1 + j\theta \cdot \text{Tan}\left(\frac{2\pi \cdot d_m}{\lambda_{0g}}\right)}{\theta - j \cdot \text{Tan}\left(\frac{2\pi \cdot d_m}{\lambda_{0g}}\right)} \quad (\text{IV.24})$$

La connaissance de la position d'un minimum de champ du TOS qui lui est associé permet le calcul de z_B et par la permittivité. Comme, généralement d_m est notée positivement de la source vers la charge (sens de l'onde incidente), on a, à partir de (IV.24) et (IV.20) la relation :

$$\frac{\tanh\left(2\pi e \left(\sqrt{\frac{1}{\lambda_c^2} - \frac{\varepsilon_1}{\lambda_0^2}}\right)\right)}{2\pi e \sqrt{\frac{1}{\lambda_c^2} - \frac{\varepsilon_1}{\lambda_0^2}}} = -j\lambda_{0g} \frac{1 + j\theta \tan\left(\frac{2\pi d_m}{\lambda_{0g}}\right)}{\theta - j \tan\left(\frac{2\pi d_m}{\lambda_{0g}}\right)} \quad (\text{IV.25})$$

3.3.2. Expérimentale

Dans cette section nous présentons la méthode d'évaluation des paramètres entrant dans le calcul de la permittivité du milieu matériel.

a- Évaluation de d_m

On représente dans la Figure (IV.6) le phénomène d'ondes stationnaires dans le guide d'onde.

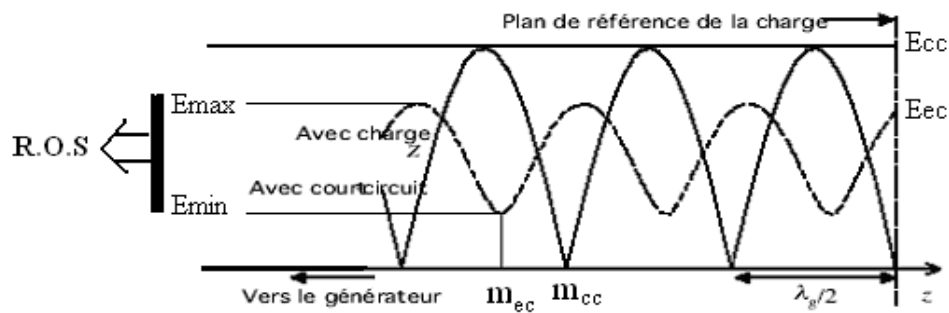


Figure (IV. 6). Synoptique des grandeurs mesurées

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

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

Nous avons ainsi :

$$\begin{cases} d_0 + m_{ec} = e - d_m \\ d_0 + m_{ec} = \frac{\lambda_{0g}}{2} \end{cases} \quad (\text{IV.26})$$

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

$$d_0 = m_{cc} - m_{ec} + e \quad (\text{IV.27})$$

b- Détermination de λ_{0g}

La détermination de λ_{0g} est directe comme c'est illustré dans la Figure (IV.6). Il suffit de mesurer la distance entre deux minimums, soit en court-circuit m'_1 et m'_2 avec l'échantillon ($m_2 - m_1$):

$$\frac{\lambda_{0g}}{2} = (m_{cc2} - m_{cc1}) = (m_{ec2} - m_{ec1}) \quad (IV.28)$$

D'où :

$$\lambda_{0g} = 2(m_{cc2} - m_{cc1}) = 2(m_{ec2} - m_{ec1}) \quad (IV.29)$$

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

c- Détermination de θ

- *Méthode directe pour les TOS faibles ($\theta \leq 10$)*

θ est le rapport de l'amplitude du champ à un maximum, à l'amplitude du champ à un minimum.

$$\theta = \frac{|E|_{max}}{|E|_{min}} \quad (IV.30)$$

Si la réponse de notre détecteur est bien quadratique, ce dont nous sommes assurés dans le domaine d'utilisation, le courant détecté est proportionnel au carré du champ. La mesure de I_M à un ventre et de I_m au nœud immédiatement voisin, nous donnera θ [3].

$$\theta = \sqrt{\frac{I_M}{I_m}} \quad (IV.31)$$

- *Méthode du double minimum (pour la mesure des TOS élevés)*

La réponse du détecteur étant supposée quadratique au voisinage du minimum, on pointe de part et d'autre du minimum, les positions pour lesquelles le courant détecté est double du courant minimum. Soit Δz , l'écart entre ces deux positions ; on en déduit qui est égale à $\frac{\lambda_g}{\pi \cdot \Delta z}$.

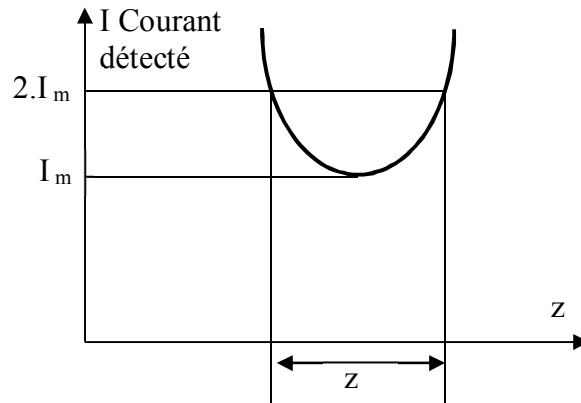


Figure (IV. 7). Mesure du TOS

-Méthode de l'indicateur de TOS

Mesure de l'affaiblissement en décibels

$$\Delta\alpha(dB) = 20\log_{10}(\theta) \quad (IV.32)$$

d- Corrections apporter aux mesures du TOS

Soit une ligne à pertes de longueur l , d'impédance caractéristique z_c , fermée sur z_t ;

l'impédance réduite d'entrée est :

$$z_0 = \frac{z_t + \text{Tanh}(\gamma l)}{1 + z_t \text{Tanh}(\gamma l)} \quad (IV.33)$$

Le coefficient de réflexion à l'entrée :

$$\rho = \frac{z_0 - 1}{z_0 + 1} = \left(\frac{z_t - 1}{z_t + 1} \right) \left(\frac{1 - \text{Tanh}(\gamma l)}{1 + \text{Tanh}(\gamma l)} \right) = \rho_v \left(\frac{1 - \text{Tanh}(\gamma l)}{1 + \text{Tanh}(\gamma l)} \right) \quad (IV.34)$$

ρ_v : Coefficient de réflexion vrai de z_t :

$$z_t = 0, \rho_v = -1 :$$

$$\rho_{cc} = - \left(\frac{1 - \text{Tanh}(\gamma l)}{1 + \text{Tanh}(\gamma l)} \right) \quad (IV.35)$$

ρ_{cc} : Coefficient de réflexion à l'entrée de la ligne court-circuitée, écrivons :

$$\begin{cases} |\rho_m| = \frac{\theta_m - 1}{\theta_m + 1} \\ |\rho_{cc}| = \frac{\theta_{cc} - 1}{\theta_{cc} + 1} \\ |\rho_v| = \frac{\theta_v - 1}{\theta_v + 1} \end{cases} \quad (\text{IV.36})$$

ρ_m : Coefficient de réflexion mesuré à l'entrée, comme :

$$|\rho_m| = |\rho_v| |\rho_{cc}| \quad (\text{IV.37})$$

$$\frac{\theta_m - 1}{\theta_m + 1} = \left(\frac{\theta_v - 1}{\theta_v + 1} \right) \left(\frac{\theta_{cc} - 1}{\theta_{cc} + 1} \right) \quad (\text{IV.38})$$

$$\theta_v = \frac{\theta_m \theta_{cc} - 1}{\theta_{cc} + \theta_m} \quad (\theta_m \theta_{cc} \gg 1) \quad \theta_v = \frac{\theta_m \theta_{cc} - 1}{\theta_m + \theta_{cc}}, \quad \theta_m \theta_{cc} \gg 1$$

On obtient la relation simple :

$$\frac{1}{\theta_v} = \left(\frac{1}{\theta_m} \right) - \left(\frac{1}{\theta_{cc}} \right) \quad (\text{IV.39})$$

e- Résolution de l'équation transcendante

L'équation (IV.24) pourrait s'écrire de la façon suivante :

$$\frac{\text{Tanh}(z)}{z} = -j\lambda_{0g} \frac{1 + j\theta \text{Tan}\left(\frac{2\pi \cdot dm}{\lambda_{0g}}\right)}{\theta - j \cdot \text{Tan}\left(\frac{2\pi \cdot dm}{\lambda_{0g}}\right)} \quad (\text{IV.40})$$

Tous les paramètres du deuxième membre de (IV.39) sont calculés, on pourrait donc écrire :

$$\frac{\text{Tanh}(z)}{z} = C \quad (\text{IV.41})$$

Où C un nombre complexe de la forme : $C = x + jy$, et on aura ainsi l'équation transcendante suivante : $\text{Tanh}(z) = C \cdot z$ qui peut aussi s'écrire : $\text{Tanh}(z) = f(z)$. Cette équation admet une infinité de solutions dans le plan complexe on démontre que, dans chaque bande, il n'y a qu'une seule valeur Z_m qui annule l'équation (IV.41) [3].

En écrivant : $z = z + j(n\pi + \frac{\pi}{2})$ Et en utilisant les propriétés :

$$\operatorname{Tanh}(X + jn\pi) = \operatorname{Tanh}(X) \text{ et } \operatorname{Tanh}\left(X + jn\frac{\pi}{2}\right) = \operatorname{Tanh}^{-1}(X) \text{ d'où}$$

On déduit :

$$f(z) = \frac{1}{\operatorname{Tanh}(z)}. \quad (\text{IV.42})$$

Soit :

$$z = \operatorname{ArcTanh}[f^{-1}(z)] \quad (\text{IV.43})$$

Ou encore :

$$z = \operatorname{ArcTanh}[f^{-1}(z)] + j(n\pi + \frac{\pi}{2}) \quad (\text{IV.44})$$

Pour $n = 0$, on prend la valeur initiale : $z = j\frac{\pi}{2}$ pour démarrer le processus itératif.

On l'introduit dans (IV. 25), la valeur obtenue pour z est alors réintroduite dans le second membre de (IV.42) et ainsi de suite. Par la méthode d'Euler, ce processus converge très rapidement vers z_0 (premier zéro contenu dans la première bande) dès lors la fonction $f(z)$ reste supérieure à l'unité.

Les propriétés de la périodicité des fonctions hyperboliques et exponentielles complexes nous permettent d'avoir plusieurs solutions à partir d'un même résultat expérimental. Cela se traduit physiquement par l'existence de plusieurs demi-longueurs d'onde dans l'échantillon qu'on ne pourrait pas prévoir. Ainsi on utilise la notion de détermination pour procéder au regroupement des résultats [32-36].

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

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

ainsi pour :

$$k = 1 \Rightarrow 0 \leq e_1 \leq \frac{\lambda_g}{4}$$

$$k = 2 \Rightarrow \frac{\lambda_g}{4} \leq e_2 \leq \lambda_g$$

f- Incertitude de mesure

Les incertitudes [3, 80] sont liées essentiellement aux erreurs de mesures sur le taux d'ondes stationnaires θ , les minimums de champ m et m' , d'où le déplacement d_m et sur l'épaisseur de l'échantillon e . On pourrait les évaluer à :

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

$$-0.02 \text{mm} < d_m < 0.10 \text{mm}$$

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

En plus de ces erreurs instrumentales, peuvent s'ajouter les erreurs propres à l'échantillon à caractériser (nature, planéité homogénéité choix de son épaisseur) en effet, si l'échantillon ne remplit pas parfaitement le guide, il peut se glisser des lames d'air, d'où l'apparition d'un champ dépolarisant faisant baisser les valeurs de ε' [80].

g-La longueur d'onde dans le diélectrique

Il se calcule à partir de la relation qui existe entre la constante de propagation λ_{1g} dans le diélectrique et la permittivité complexe.

D'après l'équation (IV.18), en appelant :

$$\begin{aligned} \gamma_{1g} &= \gamma_{g\varepsilon} = \alpha_{g\varepsilon} - j\beta_{g\varepsilon} \\ \gamma_{g\varepsilon} &= \alpha_{g\varepsilon} + j \frac{2\pi}{\lambda_{g\varepsilon}} = 2\pi \sqrt{\frac{2\pi}{\lambda_{g\varepsilon}} - \frac{\varepsilon' - j\varepsilon''}{\lambda_0^2}} \end{aligned} \quad (\text{IV.45})$$

Par élévation au carré, suivie d'une identification des parties réelle et imaginaire de l'expression (IV.45), il vient :

$$\begin{cases} \varepsilon' = \lambda_0^2 \left(\frac{1}{\lambda_{g\varepsilon}^2} + \frac{1}{\lambda_c^2} \right) - \alpha_{g\varepsilon}^2 \frac{\lambda_0^2}{4\pi^2} \\ \varepsilon'' = \frac{\lambda_0^2}{\pi \lambda_{g\varepsilon}} \alpha_{g\varepsilon} \end{cases} \quad (\text{IV.46})$$

Par élimination de $\alpha_{g\varepsilon}$ de ces équations et à condition que $\alpha_{g\varepsilon} \neq 0$, on obtient :

$$\lambda_{g\varepsilon} = \frac{\lambda_0 \sqrt{2}}{\varepsilon''} \left(\left[\left(\varepsilon'' - \frac{\lambda_0^2}{\lambda_c^2} \right)^2 + \varepsilon''^2 \right] - \left[\varepsilon' - \frac{\lambda_0^2}{\lambda_c^2} \right] \right)^{1/2} \quad (\text{IV.47})$$

Cette relation permet de calculer λ_{ge} dans tous les cas connaissant la permittivité complexe du diélectrique.

4. Réflectométrie dans le domaine temporel (TDR)

L'étude de la propagation d'une onde électromagnétique dans les guides d'onde et plus particulièrement dans une ligne coaxiale est nécessaire pour développer les équations qui décrivent cette propagation avec tous ses paramètres, afin de pouvoir extraire les informations utiles pour la résolution du problème déjà posé et qui est : la relation entre la propagation et les paramètres électromagnétiques du milieu. On propose pour cette étude deux démarches qui aboutissent à des résultats similaires mais pour des grandeurs physiques différentes.

Pour l'application de la spectroscopie temporelle, on a besoin tout d'abord d'un système de mesure par TDR, composé essentiellement d'un générateur d'échelon, d'une ligne coaxiale, et d'un oscilloscope à échantillonnage [3, 32-35, 76-79]. Cet équipement nécessite en plus un système numérique d'acquisition, de stockage et de traitement des données temporelles mesurées. Un simple micro-ordinateur avec les logiciels appropriés peut assurer ces différentes tâches. Un tel système est schématisé par la figure ci-dessous :

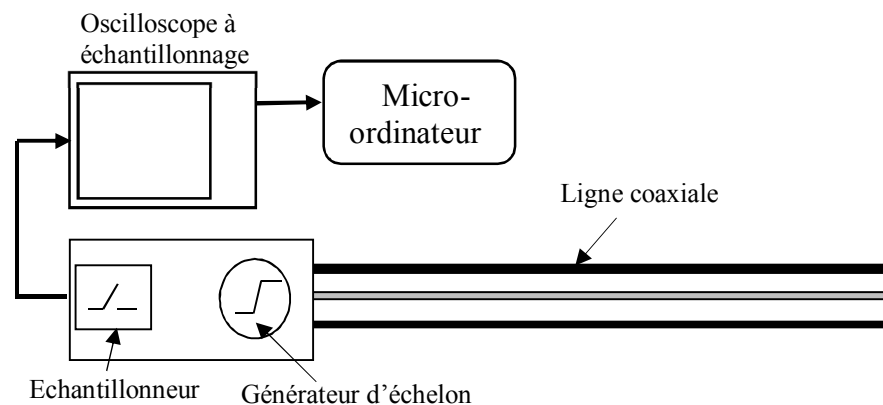


Figure (IV. 8). L'instrumentation utilisée en spectroscopie temporelle

4.1. Principe

La mesure par réflectométrie temporelle s'obtient selon le mode expérimental suivant : on introduit un échelon de tension à temps de montée très bref de l'ordre de 20 à 30 ps dans une ligne coaxiale supposée sans pertes, et on étudie la réponse d'un échantillon, placé au bout de cette ligne. Un changement d'impédance dans le milieu de propagation sera à l'origine de toute réflexion dans la ligne. L'analyse du coefficient de réflexion permettra par la suite de

déterminer les paramètres électromagnétiques désirés, selon la nature du matériau à caractériser [32-36]. Dans notre cas, on travaille avec des matériaux diélectriques, donc notre intérêt est porté sur l'étude du comportement diélectrique (permittivité complexe) sur une large bande de fréquence.

Expérimentalement, il existe quatre principales méthodes [3, 32-36] souvent utilisées dans la TDR et qui reposent toutes sur l'étude et l'analyse du coefficient de réflexion. Ces méthodes sont :

- la méthode de la première réflexion ;
- les méthodes des réflexions multiples, qui regroupent :
 - la méthode de la ligne court-circuitée.
 - la méthode de la ligne ouverte ;
 - la méthode de la ligne adaptée.

Chacune de ces quatre méthodes a ses propres spécificités qui orientent son choix selon les conditions expérimentales.

4.2. Méthodes expérimentales utilisées en TDR

4.2.1. Méthode de la première réflexion

Dans cette méthode on ne s'intéresse qu'à l'onde réfléchie engendrée par la première réflexion sur le premier dioptré formé par les milieux : air-échantillon (la ligne coaxiale avec laquelle on travaille est une ligne à air. Dans la réalité et comme on va le voir dans le cas des réflexions multiples, l'onde réfléchie totale dans le milieu (1) est la superposition de la première réflexion avec d'autres réflexions générées par le deuxième dioptré.

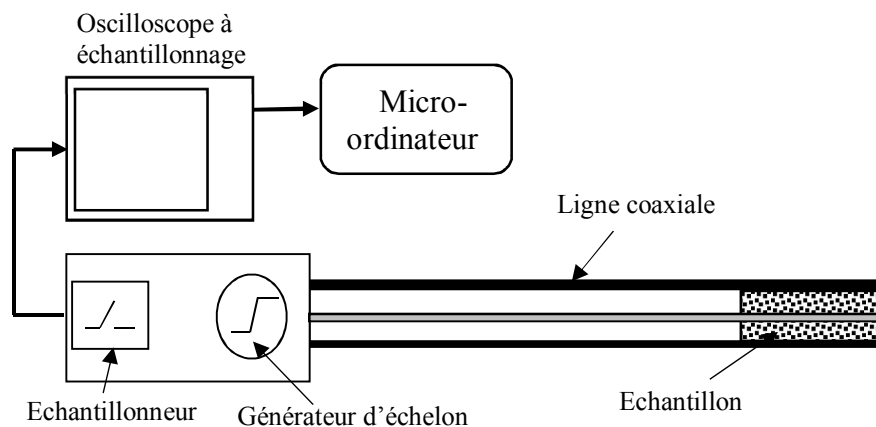


Figure (IV. 9). Dispositif expérimental pour la première réflexion

Dans cette méthode, et pour que la contribution de ces réflexions soit nulle, il faut que l'échantillon soit assez long. Dans ce cas, le coefficient de réflexion sur le premier dioptré est donné par la relation :

$$R(\omega) = \frac{Z_{cd} - Z_c}{Z_{cd} + Z_c} \quad (\text{IV.48})$$

Où :

Z_c est l'impédance caractéristique de la ligne, et Z_{cd} est l'impédance caractéristique du tronçon de la ligne chargé par l'échantillon.

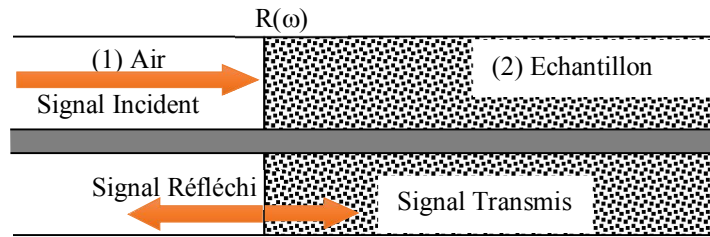


Figure (IV. 10). Les réflexions dans le cas d'un long échantillon

Puisque : $Z_{cd} = Z_c \sqrt{\epsilon_r \mu_r}$

$$R(\omega) = \frac{1 - \sqrt{\epsilon_r \mu_r}}{1 + \sqrt{\epsilon_r \mu_r}} \quad (\text{IV.49})$$

$$\sqrt{\epsilon_r \mu_r} = \frac{1 - R(\omega)}{1 + R(\omega)} \quad (\text{IV.50})$$

ϵ_r et μ_r sont des grandeurs complexes qu'on peut écrire sous la forme :

$$\epsilon_r^* = \epsilon_r' - j\epsilon_r'' \quad \text{et} \quad \mu_r^* = \mu_r' - j\mu_r''.$$

Pour la simplicité et la lisibilité des équations, on a choisi d'omettre l'astérisque tout en gardant dans l'esprit que ce sont bien des valeurs complexes. Dans notre cas d'étude, les matériaux utilisés sont des céramiques (diélectriques) et leur perméabilité relative est voisine de l'unité, donc on peut simplifier l'expression précédente en écrivant :

$$\sqrt{\epsilon_r} = \frac{1 - R(\omega)}{1 + R(\omega)} \quad (\text{IV.51})$$

Et comme $R(\omega)$ est une grandeur complexe, on peut l'exprimer par sa partie réelle et imaginaire :

$$R(\omega) = R'(\omega) + jR''(\omega) \quad (\text{IV.52})$$

Dans ce cas ε_r devient :

$$\sqrt{\varepsilon_r} = \frac{1-R'(\omega)-jR''(\omega)}{1+R'(\omega)+jR''(\omega)} \quad (0IV.53)$$

On peut écrire :

$$\sqrt{\varepsilon_r} = a - jb = \frac{1-R'(\omega)-jR''(\omega)}{1+R'(\omega)+jR''(\omega)} \quad (IV.54)$$

$$\begin{cases} a = \frac{1-(R'(\omega))^2 - (R''(\omega))^2}{1+(R'(\omega))^2 + (R''(\omega))^2} \\ b = \frac{-2jR''(\omega)}{1+(R'(\omega))^2 + (R''(\omega))^2} \end{cases} \quad (IV.55)$$

Puisque $\varepsilon_r' = a^2 - b^2$ et $\varepsilon_r'' = 2ab$, et si on remplace a et b par leurs valeurs on va trouver :

$$\begin{cases} \varepsilon_r' = \left(\frac{1-(R'(\omega))^2 - (R''(\omega))^2}{1+(R'(\omega))^2 + (R''(\omega))^2} \right)^2 - \left(\frac{-2(R''(\omega))^2}{1+(R'(\omega))^2 + (R''(\omega))^2} \right)^2 \\ \varepsilon_r'' = 2 \frac{1-(R'(\omega))^2 - (R''(\omega))^2}{1+(R'(\omega))^2 + (R''(\omega))^2} \left(\frac{-2(R''(\omega))^2}{1+(R'(\omega))^2 + (R''(\omega))^2} \right) \end{cases} \quad (IV.56)$$

Les équations (IV.56) expriment les parties réelle et imaginaire de la permittivité relative de l'échantillon en fonction du coefficient de réflexion complexe. Il suffit donc de connaître celui-ci, ce qui est réalisé par la SDT, pour en déterminer la permittivité complexe du matériau.

On constate la simplicité dans les calculs qu'offre cette méthode, néanmoins, elle nécessite que l'échantillon soit assez long pour qu'on puisse négliger les réflexions multiples générées à l'intérieur de celui-ci. Donc cette méthode n'est applicable que pour de tels échantillons ce qui n'est pas notre cas.

4.2.2. Les méthodes des réflexions multiples

Ces méthodes et contrairement à la première méthode présentée ci-dessus, prennent en considération les réflexions générées entre les deux dioptries (air-échantillon et échantillon-charge terminale). Le coefficient de réflexion totale dans le milieu (1) va donc porter la contribution de toutes ces réflexions.

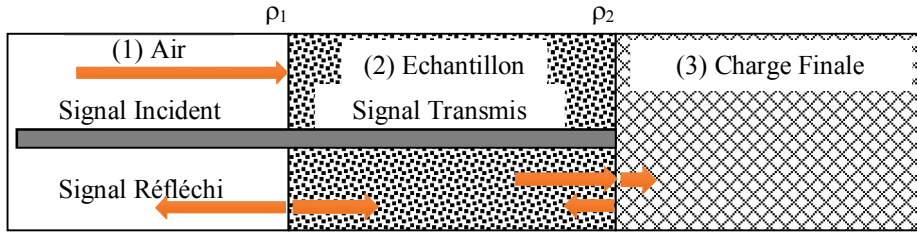


Figure (IV. 11). Réflexions multiples dans un échantillon

Avant d'aborder le reste de cette étude, analysant d'abord la réflexion produite par l'incidence normale d'une onde plane sur un échantillon de longueur d . D'après la Figure (IV.11), on voit bien que lorsqu'une onde en incidence normale arrive au niveau du premier dioptré, une partie de cette onde va pénétrer à l'intérieur de l'échantillon tandis que l'autre partie va être réfléchi. La partie transmise va se propager avec une constante de propagation $\gamma_2 = j \frac{\omega}{c} \sqrt{\epsilon_r \mu_r}$ le long de l'échantillon jusqu'à qu'elle rencontre le deuxième dioptré, à ce niveau elle va subir le même sort que celui de l'onde incidente fondamentale.

La partie réfléchi va cette fois-ci retourner vers le premier dioptré et va générer aussi deux autres ondes : réfléchi et transmise. L'onde transmise du milieu (2) vers le milieu (1) va s'additionner à l'onde réfléchi fondamentale. Donc à la fin, l'onde réfléchi totale va être la somme de l'onde réfléchi fondamentale plus les ondes réfléchies secondaires générées par les réflexions multiples, et on écrit :

$$E_r = E_{r1} + E_{r2} + \dots = \sum_{i=0}^{\infty} E_{ri} \quad (\text{IV.57})$$

Le coefficient de réflexion totale sera :

$$R(\omega) = \frac{\rho_1 - \rho_2 e^{-2\gamma_2 d}}{1 + \rho_1 \rho_2 e^{-2\gamma_2 d}} \quad (\text{IV.58})$$

Où ρ_1 et ρ_2 sont respectivement les coefficients de réflexion sur le premier et le second dioptré, et qui sont définis par les relations suivantes :

$$\rho_1(\omega) = \frac{Z_{cd} - Z_c}{Z_{cd} + Z_c} \quad (\text{IV.59})$$

$$\rho_2(\omega) = \frac{Z_c - Z_{cd}}{Z_c + Z_{cd}} \quad (\text{IV.60})$$

C'est à partir de ces expressions que vont se baser tous nos calculs pour les différentes méthodes.

Revenant maintenant aux méthodes de réflexions multiples. En fait, il existe trois méthodes principales et qui se différencient seulement par la valeur de la charge terminale Z_t posée entre l'échantillon à caractériser et l'extrémité de la ligne coaxiale (ou du guide en général).

Ces trois méthodes sont :

- la méthode de la ligne court-circuitée ;
- la méthode de la ligne ouverte ;
- la méthode de la ligne adaptée.

4.2.3. La méthode de la ligne court-circuitée

Dans cette méthode, la charge terminale est un court-circuit entre le conducteur central et le conducteur externe dans le cas d'une ligne coaxiale (Figure IV.12). Dans ce cas : $Z_t = 0$.

$$\rho_2(\omega) = \frac{-Z_{cd}}{Z_{cd}} = -1 \quad (\text{IV.61})$$

$$R(\omega) = \frac{\rho_1 - e^{-2\gamma_2 d}}{1 + \rho_1 e^{-2\gamma_2 d}} \quad (\text{IV.62})$$

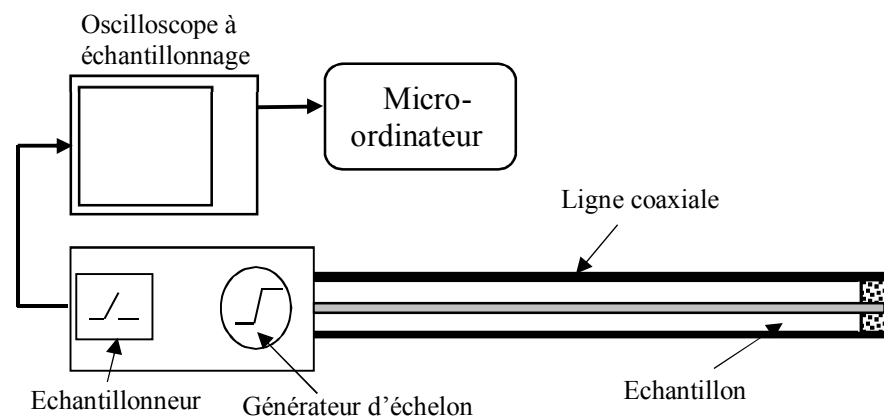


Figure (IV. 12). Dispositif expérimental en ligne court-circuitée

Le système (ligne-échantillon-charge terminale) peut être représenté par celui de la figure ci-dessous :

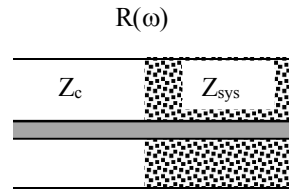


Figure (IV. 13). Les impédances dans la ligne de mesure court-circuitée

Où:

$$R(\omega) = \frac{Z_{sys} - Z_c}{Z_{sys} + Z_c} \quad (IV.63)$$

En utilisant la notion de l'impédance normalisée (ou réduite) qu'on définit par :

$$z(\omega) = \frac{Z_{sys}}{Z_c} \quad (IV.64)$$

On peut écrire :

$$R(\omega) = \frac{z(\omega) - 1}{z(\omega) + 1} \quad (IV.65)$$

$$z(\omega) = \frac{R(\omega) + 1}{R(\omega) - 1} \quad (IV.66)$$

Donc pour déterminer $z(\omega)$ il suffit d'avoir $R(\omega)$. On rappelle que ces deux grandeurs sont complexes. Lorsqu'on remplace $R(\omega)$ par son expression, on trouve :

$$z(\omega) = \frac{1 + \rho_1 + (1 + \rho_1)e^{-2\gamma_2 d}}{1 - \rho_1 + (1 - \rho_1)e^{-2\gamma_2 d}} \quad (IV.67)$$

$$z(\omega) = \frac{(1 + \rho_1)(1 - e^{-2\gamma_2 d})}{(1 - \rho_1)(1 + e^{-2\gamma_2 d})} \quad (IV.68)$$

Sachant que :

$$\rho_1 = \frac{1 - \sqrt{\frac{\epsilon_r}{\mu_r}}}{1 + \sqrt{\frac{\epsilon_r}{\mu_r}}}$$

On déduit :

$$\sqrt{\frac{\epsilon_r}{\mu_r}} = \frac{1 + \rho_1}{1 - \rho_1} \quad (IV.69)$$

Et comme :

$$\tanh(\gamma_2 d) = \frac{(1 - e^{-2\gamma_2 d})}{(1 + e^{-2\gamma_2 d})} \quad (IV.70)$$

On obtient à partir des équations (IV.42), (IV.43) et (IV.44) :

$$z(\omega) = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \operatorname{Tanh}(\gamma_2 d) \quad (\text{IV.71})$$

$$z(\omega) = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \operatorname{Tanh}\left(j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r \mu_r} \cdot d\right) \quad (\text{IV.72})$$

Il suffit de résoudre l'équation (IV.69) pour trouver les paramètres ε_r et μ_r .

Résolution de l'équation $z(\omega) = f(\varepsilon_r, \mu_r)$:

Pour le cas des matériaux purement diélectriques où $\mu_r = 1$, l'équation précédente devient :

$$z(\omega) = \sqrt{\frac{1}{\varepsilon_r}} \operatorname{Tanh}\left(j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r} \cdot d\right) \quad (\text{IV.73})$$

Cette équation peut être numériquement résolue par les méthodes itératives classiques (exemple : la méthode de Newton-Raphson).

Dans le cas où $\gamma_2 d \ll 1$, ce qui est le cas en basses fréquences, on peut faire une approximation de la tangente hyperbolique par son développement limité au voisinage de zéro.

❖ $x \ll 1 \Rightarrow \operatorname{Tanh}(x) \cong x$. Dans ce cas, on aura :

$$\operatorname{Tanh}(\gamma_2 d) = \gamma_2 d \quad (\text{IV.74})$$

$$z(\omega) = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \cdot \gamma_2 \cdot d \quad (\text{IV.75})$$

$$z(\omega) = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r \mu_r} \cdot d \quad (\text{IV.76})$$

$$z(\omega) = j \frac{\omega}{c} \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \sqrt{\varepsilon_r \mu_r} \cdot d \quad (\text{IV.77})$$

$$z(\omega) = j \frac{\omega}{c} \cdot d \cdot \mu_r \quad (\text{IV.78})$$

On voit bien que cette démarche fait disparaître le paramètre ε_r . Donc on peut conclure que lorsque $\gamma_2 d$ est assez petit, c'est à dire dans le cas des basses fréquences ou celui où l'échantillon est assez mince (d est assez petit), la méthode de la ligne court-circuitée ne permet pas de calculer la permittivité diélectrique de l'échantillon. Pourtant, elle présente une simplicité remarquable pour la détermination de la perméabilité magnétique pour les matériaux magnétiques.

4.2.4. La méthode de la ligne ouverte

Dans cette méthode, on ne place que l'échantillon au bout de la ligne. La configuration du montage est la suivante :

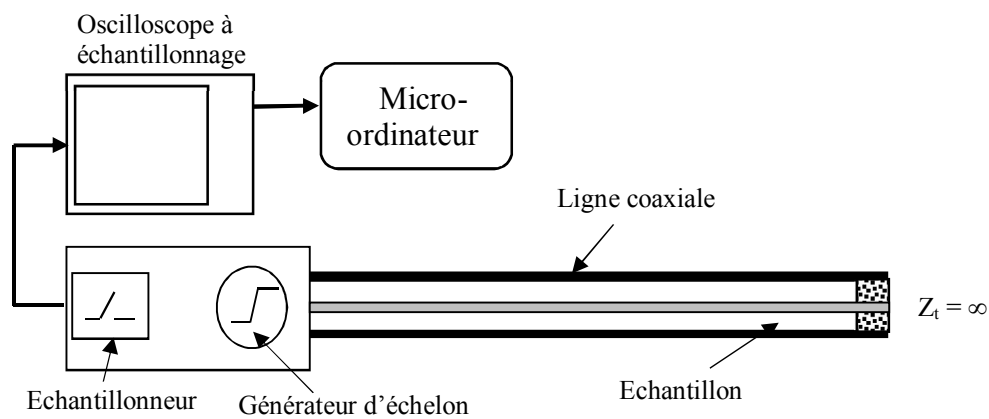


Figure (IV. 14). Dispositif expérimental en ligne ouverte

Le système peut être approché à celui de la figure ci-dessous :

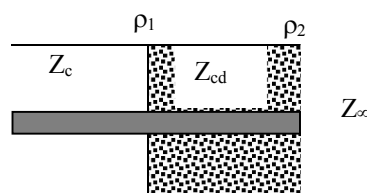


Figure (IV. 15). Les impédances dans la ligne de mesure ouverte

Il en résulte :

$$\rho_1(\omega) = \frac{Z_{cd} - Z_c}{Z_{cd} + Z_c} \quad (\text{IV.79})$$

$$\rho_2(\omega) = \frac{Z_L - Z_{cd}}{Z_L + Z_{cd}} \cong 1 \quad (\text{IV.80})$$

Dans ce cas :

$$R(\omega) = \frac{\rho_1 - e^{-2\gamma_2 d}}{1 + \rho_1 e^{-2\gamma_2 d}} \quad (\text{IV.81})$$

En suivant la même démarche que pour la méthode précédente, on arrive à :

$$z(\omega) = \frac{1 + \rho_1 + (1 + \rho_1)e^{-2\gamma_2 d}}{1 - \rho_1 + (1 - \rho_1)e^{-2\gamma_2 d}} \quad (\text{IV.82})$$

$$z(\omega) = \frac{(1 + \rho_1)(1 - e^{-2\gamma_2 d})}{(1 - \rho_1)(1 + e^{-2\gamma_2 d})} \quad (\text{IV.83})$$

Lorsque $\varepsilon_r, \mu_r \neq 0$, on peut écrire :

$$z(\omega) = \frac{(1 + \rho_1)}{(1 - \rho_1)} \text{Tanh}(\gamma_2 d) \quad (\text{IV.84})$$

$$z(\omega) = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \text{Tanh}\left(j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r \mu_r} \cdot d\right) \quad (\text{IV.85})$$

En basses fréquences et en faisant un développement limité de la tangente hyperbolique au voisinage de zéro, on va trouver :

$$z(\omega) = \frac{\sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}}}{j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r \mu_r} \cdot d} \quad (\text{IV.86})$$

$$z(\omega) = \frac{1}{j \frac{\omega}{c} \varepsilon_r \cdot d} \quad (\text{IV.87})$$

$$\varepsilon_r(\omega) = \varepsilon_r^*(\omega) = \frac{1}{j \frac{\omega}{c} \cdot d \cdot \varepsilon_r} \quad (\text{IV.88})$$

On peut dire que cette méthode est bien adaptée pour l'étude en basses fréquences des matériaux purement diélectriques, en revanche elle ne l'est pas lorsqu'il s'agit de matériaux magnétiques à cause de la disparition du paramètre μ_r .

Rappelons que lorsqu'un matériau diélectrique présente une conductivité électrique non nulle, l'expression de sa constante diélectrique aura la forme suivante :

$$\varepsilon_r^*(\omega) = \varepsilon_r'(\omega) - j \left(\varepsilon_r''(\omega) + \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \right) \quad (\text{IV.89})$$

Et comme :

$$\varepsilon_r^*(\omega) = \frac{1}{j \frac{\omega}{c} \cdot d \cdot z(\omega)}$$

$$\frac{1}{j \frac{\omega}{c} \cdot d \cdot z(\omega)} = \varepsilon_r'(\omega) - j \left(\varepsilon_r''(\omega) + \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \right) \quad (\text{IV.90})$$

Lorsque : $\omega \rightarrow 0 \Rightarrow z(\omega) \rightarrow z(0)$ et $z(0) = \frac{1+R(0)}{1-R(0)}$

$$\sigma = \frac{c \cdot \epsilon_0}{z(0) \cdot d} \quad (\text{IV.91})$$

On voit bien que cette méthode permet de déterminer la conductivité électrique dans les matériaux diélectriques à faibles pertes.

4.2.5. La méthode de la ligne adaptée

Le montage dans cette configuration est donné par la Figure (IV.26) :

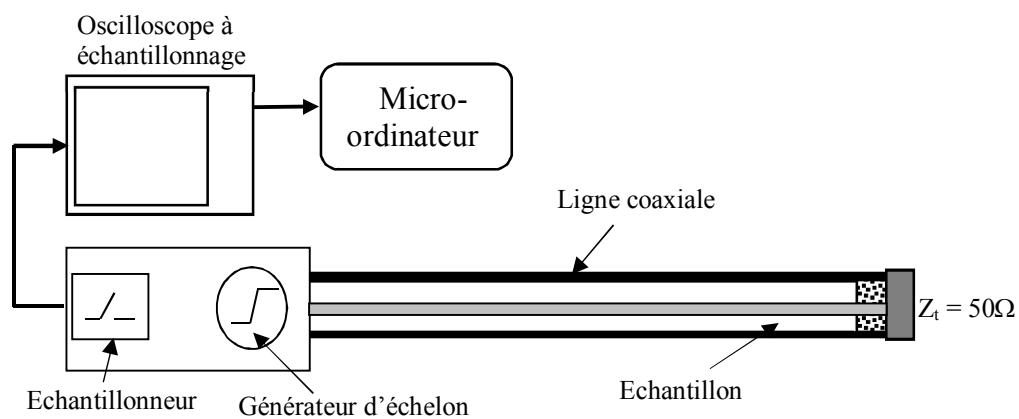


Figure (IV. 16). Dispositif expérimental en ligne adaptée

Dans ce cas, la charge terminale est égale à l'impédance caractéristique du guide : $Z_t = Z_c$, on obtient donc :

$$\rho_1(\omega) = \frac{Z_{cd} - Z_c}{Z_{cd} + Z_c} \quad (\text{IV.92})$$

et

$$\rho_2(\omega) = \frac{Z_c - Z_{cd}}{Z_c + Z_{cd}} \quad (\text{IV.93})$$

$$\rho_2 = -\rho_1 \quad (\text{IV.94})$$

Le coefficient de réflexion donné par l'équation (IV.93) deviendra dans ce cas :

$$R(\omega) = \frac{\rho_1(1 - e^{-2\gamma_2 d})}{1 - \rho_1^2 e^{-2\gamma_2 d}} \quad (\text{IV.95})$$

En appliquant l'expression de l'impédance réduite donnée par (IV.67) sur ce système, on aboutit à :

$$z(\omega) = \frac{\frac{1+\rho_1(1-e^{-2\gamma_2 d})}{1-\rho_1^2 e^{-2\gamma_2 d}}}{\frac{1-\rho_1(1-e^{-2\gamma_2 d})}{1-\rho_1^2 e^{-2\gamma_2 d}}} \quad (\text{IV.96})$$

$$z(\omega) = \frac{\rho_1(1-e^{-2\gamma_2 d})+1-\rho_1^2 e^{-2\gamma_2 d}}{1-\rho_1^2 e^{-2\gamma_2 d}-\rho_1(1-e^{-2\gamma_2 d})} \quad (\text{IV.97})$$

$$z(\omega) = \frac{(1+\rho_1)(1-\rho_1 e^{-2\gamma_2 d})}{(1+\rho_1)(1+\rho_1 e^{-2\gamma_2 d})} \quad (\text{IV.98})$$

En remplaçant par son expression en fonction de ε_r et μ_r on aboutit à :

$$z(\omega) = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \frac{\left(\frac{1 - \frac{\sqrt{\varepsilon_r}}{\sqrt{\mu_r}} e^{-2\gamma_2 d}}{1 + \frac{\sqrt{\varepsilon_r}}{\sqrt{\mu_r}}} \right)}{\left(\frac{1 - \frac{\sqrt{\varepsilon_r}}{\sqrt{\mu_r}} e^{-2\gamma_2 d}}{1 + \frac{\sqrt{\varepsilon_r}}{\sqrt{\mu_r}}} \right)} \quad (\text{IV.99})$$

$$z(\omega) = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \frac{1 - e^{-2\gamma_2 d} + \sqrt{\varepsilon_r} \cdot (1 - e^{-2\gamma_2 d})}{\mu_r (1 + e^{-2\gamma_2 d}) + \sqrt{\varepsilon_r} \cdot (1 + e^{-2\gamma_2 d})} \quad (\text{IV.100})$$

Et comme : $Tanh(\gamma_2 d) = \frac{1 - e^{-2\gamma_2 d}}{1 + e^{-2\gamma_2 d}}$; en divisant les 2 membres du rapport par $1 - e^{-2\gamma_2 d}$ on trouve :

$$z(\omega) = \left(\sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \right) \frac{1 + \frac{\sqrt{\mu_r}}{\sqrt{\varepsilon_r}} Tanh(\gamma_2 d)}{\frac{\sqrt{\mu_r}}{\sqrt{\varepsilon_r}} Tanh(\gamma_2 d)} \quad (\text{IV.101})$$

Puisque : $\gamma_2 = j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r \cdot \mu_r}$

$$z(\omega) = \left(\sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \right) \frac{1 + \frac{\sqrt{\mu_r}}{\sqrt{\varepsilon_r}} Tanh\left(j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r \cdot \mu_r} d\right)}{\frac{\sqrt{\mu_r}}{\sqrt{\varepsilon_r}} Tanh\left(j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r \cdot \mu_r} d\right)} \quad (\text{IV.102})$$

Dans le cas où $\mu_r = 1$:

$$z(\omega) = \left(\sqrt{\frac{1}{\varepsilon_r}} \right) \frac{1 + \frac{1}{\sqrt{\varepsilon_r}} Tanh\left(j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r} d\right)}{\frac{1}{\sqrt{\varepsilon_r}} Tanh\left(j \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r} d\right)} \quad (\text{IV.103})$$

Pour simplifier les calculs on utilise l'admittance à la place de l'impédance. Donc :

$$y(\omega) = \frac{1}{z(\omega)} = \sqrt{\varepsilon_r} \frac{1 + \sqrt{\varepsilon_r} \operatorname{Tanh}\left(j\frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r} d\right)}{\sqrt{\varepsilon_r} \operatorname{Tanh}\left(j\frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r} d\right)} \quad (\text{IV.104})$$

Afin de résoudre cette équation, on la décompose en partie réelle et partie imaginaire. On pose donc :

$$\sqrt{\varepsilon_r} = a + jb \quad (\text{IV.105})$$

$$\operatorname{Tanh}(\gamma_2 d) = v + jw \quad (\text{IV.106})$$

$$y(\omega) = (a + jb) \frac{1 + (a + jb)(v + jw)}{(a + jb)(v + jw)} \quad (\text{IV.107})$$

L'admittance réduite $y(\omega)$ peut être calculée, comme on l'a déjà vue, à partir des valeurs expérimentales de $R(\omega)$. En séparant ses deux parties réelle et imaginaire, on trouve :

$$\operatorname{Re}[y(\omega)] = \frac{(1 + av + bw)(v + a) - (aw + bv)(w + b)}{(a + v)^2 - (b + w)^2} \quad (\text{IV.108})$$

$$\operatorname{Re}[y(\omega)] = \frac{(1 + av - bw)(w + b) + (aw + bv)(v + a)}{(a + v)^2 - (b + w)^2} \quad (\text{IV.109})$$

La résolution de ces deux équations donnera les fonctions $v = f(a, b)$ et $w = g(a, b)$. En les remplaçant dans l'équation $\operatorname{Tanh}(\gamma_2 d) = v + jw$, on va trouver les valeurs de a et b , donc la valeur de ε_r .

On peut utiliser aussi, lorsque ω tend vers 0 ('t' tend vers l'infini) et lorsque $\gamma_2 d \ll 1$. Dans ce cas on peut approximer l'exponentiel à son développement limité au premier ordre :

$e^{-2\gamma_2 d} \cong 1 - 2\gamma_2 d$, ainsi :

$$R(\omega \rightarrow 0) \cong \frac{2\rho_1 \gamma_2 d}{1 - \rho_1^2 + 2\rho_1^2 \gamma_2 d} \quad (\text{IV.110})$$

Puisque : $\gamma_2 = j\frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_r}$ et $\rho_1 = \frac{1 - \sqrt{\frac{\varepsilon_r}{\mu_r}}}{1 + \sqrt{\frac{\varepsilon_r}{\mu_r}}}$,

On obtient finalement :

$$R(\omega \rightarrow 0) = \frac{j\frac{\omega}{c} (1 - \sqrt{\varepsilon_r}) d}{2 + jd\frac{\omega}{c} (1 - \sqrt{\varepsilon_r})^2} \quad (\text{IV.111})$$

Pour un matériau qui présente une conductivité électrique non nulle, l'expression de la constante diélectrique prend la forme :

$$\varepsilon_r^*(\omega) = \varepsilon_r'(\omega) - j \left(\varepsilon_r''(\omega) + \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \right) \Rightarrow$$

$$R(0) = \frac{(-\sigma w)/(v \varepsilon_0)}{2 + ((\sigma w)/(v \varepsilon_0))} \quad (\text{IV.112})$$

$$\sigma = \frac{2v \varepsilon_0}{w} \frac{R(0)}{1 + R(0)} \quad (\text{IV.113})$$

On peut grâce à cette démarche calculer la conductivité électrique du matériau en connaissant seulement la valeur asymptotique de $R(t)$ quand t tend vers l'infini c.à.d. $\omega \rightarrow 0$.

4.3. Mesure en large bande en utilisant le TDR

4.3.1. Le banc de réflectométrie temporelle (TDR)

Les valeurs expérimentales de la constante diélectrique complexe sont obtenues à partir d'un système de réflectométrie dans le domaine temporel (TDR) [3, 32-36] composé d'un générateur d'échelon de tension avec une amplitude de 200 mV et d'un temps de montée de 35 picosecondes HP modèle 54121, une sonde de prélèvement, et un oscilloscope à échantillonnage HP modèle 84120B.

L'échelon de tension se propage dans une ligne coaxiale standard APC-7mm avec une impédance caractéristique de 50 Ω . Le rapport du signal incident $V^+(t)$ et le signal réfléchi $V^-(t)$ dans l'interface air-diélectrique permet l'évaluation de la permittivité diélectrique. L'échantillon du matériau composite avec une épaisseur d est placé dans une cellule de mesure utilisée comme partie de cette ligne coaxiale et terminée par une charge finale Z_0 Figure (V.17). Les mesures ont été effectuées dans la bande de fréquence 0Hz jusqu' à 10 GHz afin de déterminer la conductivité statique σ_s des matériaux composites élaborés.

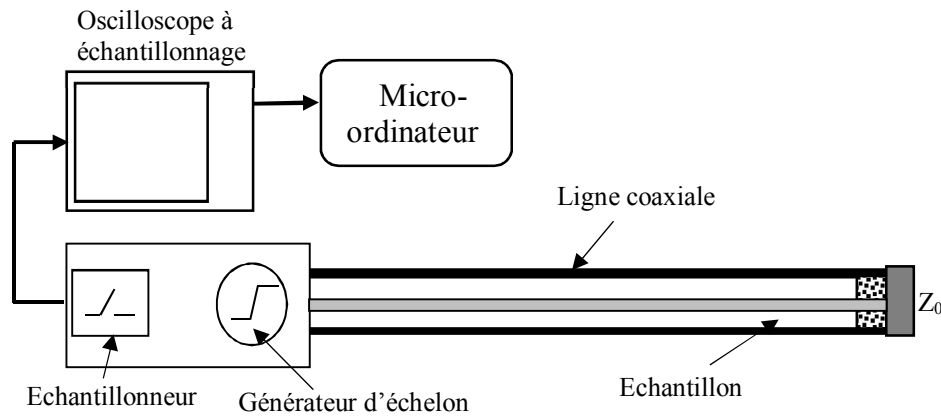


Figure (IV. 17). Diagramme expérimental de la réflectométrie dans le domaine temporel

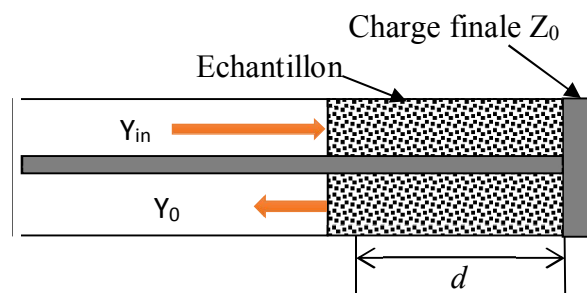


Figure (IV. 18). Diagramme de la cellule de mesure

5. Mode de préparation des matériaux composites

Le but de ce travail est la caractérisation diélectrique du mélange Résine-BT-Cu₂O, en fonction de la fraction volumique de ses différents constituants. Les ont été frittés à différentes températures (150°C, 200°C, 250°C) et à pression atmosphérique. Nous avons utilisé la technique de caractérisation par mesure à fréquence fixe, cette dernière nécessite des échantillons de forme parallélépipède. Tandis que la TDR nécessite des échantillons de forme cylindrique creux. Dans ce chapitre, on va aborder le mode de préparation des échantillons ainsi que leurs frittages et les systèmes de mesure utilisés.

5.1. Matériaux utilisés

Les matériaux utilisés dans cette étude sont :

BaTiO₃ : Titanate de Baryum sous forme de poudre blanche.

Cu₂O : L'oxyde de cuivre sous forme poudre Brun-rouge solide.

Résine : Elle joue le rôle de matrice (ou de support) qui enrobe et lie les grains des charges, et élimine ainsi les pores d'air.

Le tableau (IV.3) donne les principales caractéristiques techniques des matériaux utilisés.

Tableau (IV. 3). Donne les principales caractéristiques techniques des matériaux utilisés

Matériau	Fabricant	Forme	Couleur	Densité [g/cm ³]	Pureté	Dimension	F.W.	Structure Cristalline
BaTiO ₃	SIGMA-ALDRICH	Poudre	Blanche	6,080	99%	<3μm	233,24	Pérovskite
Cu ₂ O	Fluka chemika	Poudre	brun-rouge solide	6.01	98>%	<3μm	143,09	Cuprite
Résine Epoxyde (Scapa 43 002)	Scapa Polymerics	Liquide visqueux (Résine + Durcisseur)	Vert-Noir	1.07 (25°C)				

Etant donné que les lois de mélanges sont fonctions des fractions volumiques, on doit obligatoirement travailler avec des volumes. Pour les titanates qui se présentent sous forme de poudre, la mesure directe du volume n'est pas possible, on est amené donc à peser les masses exactes qui correspondent à des volumes bien déterminés.

Le passage d'un volume vers sa masse est réalisé de la manière suivante :

- 1- On fixe d'abord le volume total V_{tot} d'un échantillon (selon les dimensions du moule).
- 2- On fixe la fraction volumique $F_{matrice}$ de la matrice (résine).
- 3- On déduit le volume de la matrice nécessaire : $V_{matrice} = F_{matrice} \cdot V_{tot}$
- 4- On fixe la fraction volumique F_{charge} d'une charge donnée (BaTiO₃ ou Cu₂O).
- 5- On calcule le volume V_{charge} correspondant à cette fraction volumique :

$$V_{charge} = F_{charge} \cdot V_{tot}$$

- 6- Finalement, on calcule la masse M_{charge} de ce volume, en utilisant la densité de la charge D_{charge} :

$$M_{charge} = D_{charge} \cdot V_{charge}$$

Le Tableau (V.4) donne les masses correspondantes aux différentes fractions volumiques utilisées, pour un volume total $V_{tot} = 4ml$.

Tableau (IV. 4). Les masses correspondantes aux différentes fractions volumiques utilisées

Fraction volumique	5%	10%	15%	20%	25%	30%
Masse (BaTiO ₃) [g]	1,216	4.864	3,648	4,864	6,08	7,296
Masse (Cu ₂ O) [g]	1,262	2,524	3,786	5,048	6,310	7,572

5.2. Incidence de l'erreur de pesée sur les fractions volumiques

Les poids ont été pesés en utilisant une balance électronique ayant une précision égale à un milligramme. Une erreur lors de la pesée conduit de façon évidente à une erreur sur la valeur des fractions volumiques réelles. L'étude de cette erreur est donc nécessaire.

Pour un mélange de 'n' phases, ayant un volume total théorique $V_{tot} = \sum_{i=1}^n V_i$, la fraction volumique théorique d'un phase 'i' est donnée par la relation : $F_i = (V_i/V_{tot})$ où $V_i = (m_i/d_i)$. Dans la réalité, les masses réelles mises en jeu sont différentes à celles théoriquement calculées à cause des différentes sources d'erreur (balance, opérateur, récipient, etc.) qui altèrent les valeurs de ces masses. On va essayer d'estimer l'incidence de cette erreur sur la valeur réelle de la fraction volumique.

En supposant qu'il y a une erreur de pesée égale à Δm_i pour le constituant 'i'. Il en résulte une erreur de volume égale à $\Delta V_i = \Delta m_i/d_i$. Par conséquent, la valeur du volume total va devenir $V_{tot-réel} = \sum_{i=1}^n V_{k-réel} = V_{tot} + \sum_{k=1}^n \Delta V_k$. La fraction volumique réelle est exprimée par : $F_i = (V_{i-réel}/V_{tot-réel})$, d'où:

$$F_i = \frac{V_{i-réel}}{V_{tot-réel}} = \frac{V_i + \Delta V_i}{V_{tot-réel}} \Rightarrow F_{i-réel} \frac{V_{tot} F_i + (\Delta m_i/d_i)}{V_{tot-réel}} \quad (IV.114)$$

L'équation (V-1) donne la valeur réelle de la fraction volumique du constituant 'i'. Le tableau suivant donne les fractions volumiques réelles calculées en supposant une perte en poids égale à 10 mg pour chaque constituant.

Les deux dernières colonnes donnent respectivement le pourcentage de l'erreur relative de la fraction volumique du BaTiO₃ et celle du Cu₂O. Pour les titanates de baryum la valeur maximale est -0,78 %. Pour les oxydes de cuivre sa valeur maximale est -1,16 %. Dans notre cas, l'erreur de poids est pratiquement inférieure à 10 mg, elle peut donc être négligée.

5.2.1. Elaboration des matériaux composites à matrice de résine

Les procédés de mise en œuvre de matériaux composites nécessitent trois étapes indispensables :

- 1- une étape d'association : l'imprégnation du renfort par la résine.
- 2- une étape de mise en forme de l'échantillon.
- 3- une étape thermique de solidification du matériau : soit par refroidissement pour les matrices thermoplastiques, soit par polycondensation ou réticulation pour les matrices Thermodurcissables (à température croissante).

Il existe différents procédés mais le plus utilisé est le procédé par moulage. Le moulage peut s'effectuer dans un moule à surface non fermée tel que le cas du moule ouvert (technique par contact, projection, ou pultrusion) ou à moule fermé (par exemple, injection de résine thermodurcissable associée à des fibres longues suivi d'une compression). Les principales opérations d'une mise en forme par moulage sont rappelées Figure (IV.11).

5.3. Mode de préparation

- On verse dans un récipient la résine qui est constituée d'un volume de résine époxyde pure et d'un même volume de durcisseur.
- On mélange manuellement les deux produits jusqu'à ce qu'ils forment un seul liquide visqueux. On remarque l'apparition de bulles d'air qui sont évacuées par la résine.
- Ensuite, on verse les charges voulues, et on commence à bien mélanger le tout, jusqu'à ce qu'il ne reste aucun grain isolé dans le mélange.
- On continue à mélanger encore afin d'obtenir un mélange le plus homogène possible. La résine doit enrober toute la poudre. Il faut signaler que la phase de mélange détermine la qualité de l'homogénéité du produit final.
- Après cela, on commence à couler doucement le mélange dans un moule de forme parallélépipède, après avoir essuyé ses parois intérieures par de la cire, afin de faciliter le démoulage ultérieur.
- A cause de la grande viscosité que présente le mélange, surtout pour les grandes fractions volumiques des charges, on fait couler le mélange en essayant d'avoir une distribution spatiale uniforme dans le moule.
- Une fois le mélange coulé, on le laisse pendant plusieurs heures (>48 heures pour les faibles fractions volumique des charges) jusqu'à polymérisation complète de la résine. Dans

ce temps, On fait vibrer manuellement les moules pour accélérer le dégazage des échantillons. L'utilisation d'un vibreur électrique aurait aidé à éliminer ces bulles de l'intérieur du mélange mieux.

➤ Une fois que la résine est complètement polymérisée durant 48 heures au moins, le mélange devenu ferme, on commence à le démouler soigneusement. On obtient ainsi, un matériau composite relativement dur, de couleur rouge au blanc, selon la concentration des charges.

➤ Une fois les échantillons durcissent, On procède au frittage des échantillons. Ces derniers sont divisés en trois groupes. Le premier groupe va être fritté à 150°C, le deuxième groupe à 200°C et le dernier à 250°C.

Remarque

Plus on augmente la fraction volumique de la charge et plus on trouve une difficulté pour maintenir les grains par la résine, et elle devient saturée. La viscosité du mélange augmente, et on rencontre alors une autre difficulté dans l'écoulement du mélange dans le moule. C'est essentiellement à cause de cette contrainte qu'on n'a pas pu dépasser les 30%. Une durée de mélange moyenne (5 à 10 minutes) est nécessaire pour l'obtention d'un mélange macroscopiquement homogène.

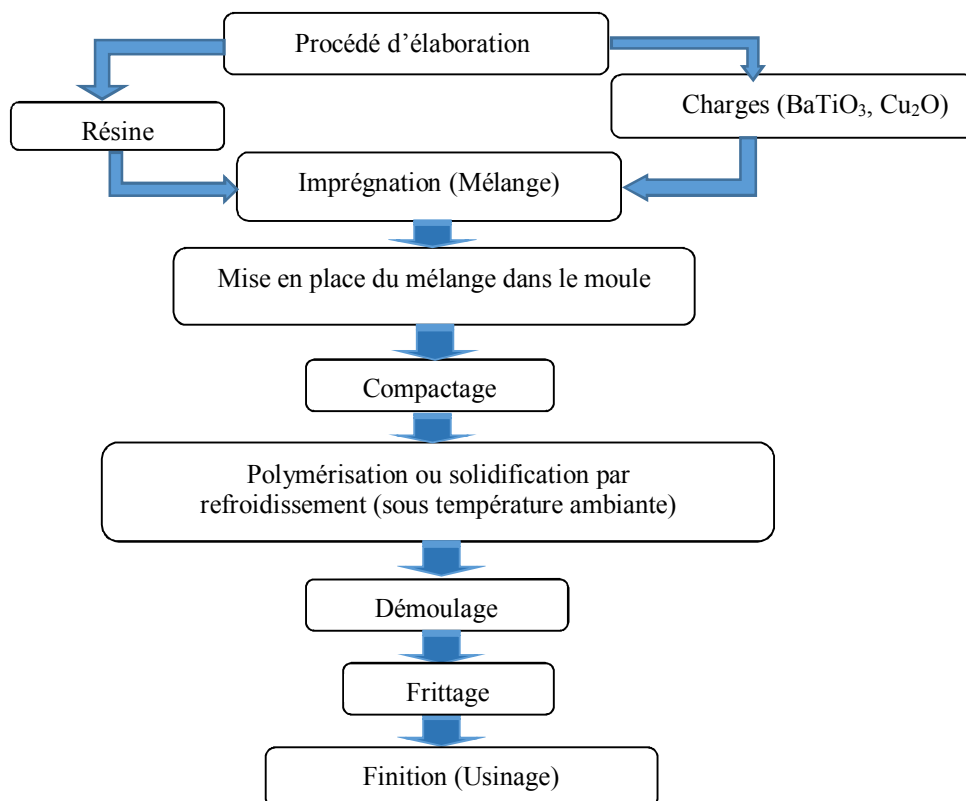


Figure (IV. 19). Principales étapes d'un procédé de fabrication des échantillons par moulage

5.4. Le frittage

Après la première phase de préparation, nous avons procédé au frittage des échantillons dans un four électrique à température variable et elle peut atteindre 460°C. Avant de présenter la variation de la température du Four réel, nous présentons ainsi les courbes théoriques afin de prévoir la variation de la température d'un four réel. La courbe de la figure (IV.22) présente une les trois phases de frittage théoriquement.

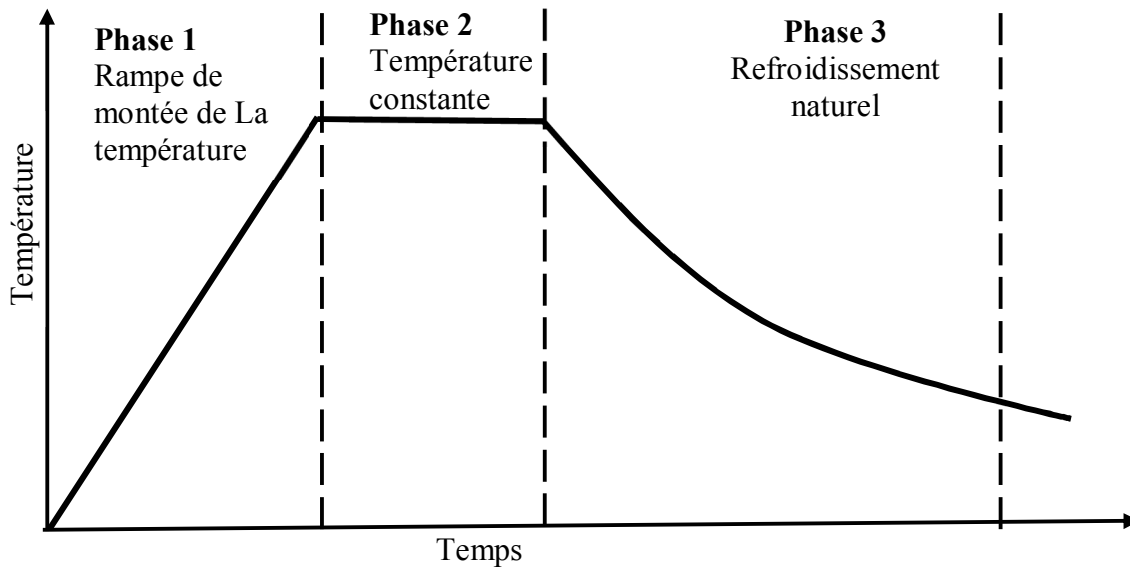


Figure (IV. 20). Variation de la température théorique du en fonction du temps

Pour le frittage des échantillons on a réalisé trois séries d'échantillons avec la Résine, l'oxyde de cuivre Cu_2O et le titanate de baryum BaTiO_3 avec des fractions volumiques bien connu (chaque échantillon est reproduit trois fois). Bien sûr, nous avons réalisé des échantillons pour les essais de frittage pour choisir une rampe adéquate. Dans cette phase (frittage) on a procédé à une étude sur le four utilisé pour le frittage de nos échantillons.

5.4.1. Caractéristique technique du four

Pour la réalisation de l'opération de frittage des échantillons on a utilisé un four avec les caractéristiques suivantes :

- 1- Type : FCATT-23
- 2- Tension d'alimentation 220V-240V
- 3- Fréquence de fonctionnement : 50-60Hz
- 4- Puissance : 1800W

5- Classe : 1

6- Précision : $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$

7- plage de la température : $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $460\text{ }^{\circ}\text{C}$ environ

8- Un temporisateur réglable de 10 minute jusqu'à 120 minutes

5.4.2. Caractéristiques température temps du four réel utilisé

Sachant qu'on n'a pas le profil de la variation de la température en fonction du temps on a procédé au mesure (plusieurs fois pour avoir des valeurs plus au moins justes ou précises) de la température avec le thermomètre électronique du four et le temps avec un chronomètre manuelle le cadran de l'afficheur de température est gradué en degré Celsius. Le four utilisé est muni d'une minuterie réglable pour l'arrêt automatique du four.

Les valeurs moyennes de la température du four obtenues sont mentionnées sur le Tableau (IV.5).

Tableau (IV. 5).Variation de la température du four en fonction du temps

Température (°C)	Temps de monté en seconde (s)	Température (°C)	Temps de descente en seconde (s)
50	5	320	26min 33 =1593
100	50	250	32min 08 = 1928
150	4min 5=245	200	40min 50 =2450
200	9 min30 =570	150	1heure 4min 20 = 3860
250	16min 47=1007	100	1heure 23 min =5000
320	24min 39=1479	50	1heure 40min 6 = 6006

La variation de la température en fonction du temps est représentée sur la figure ci-dessous

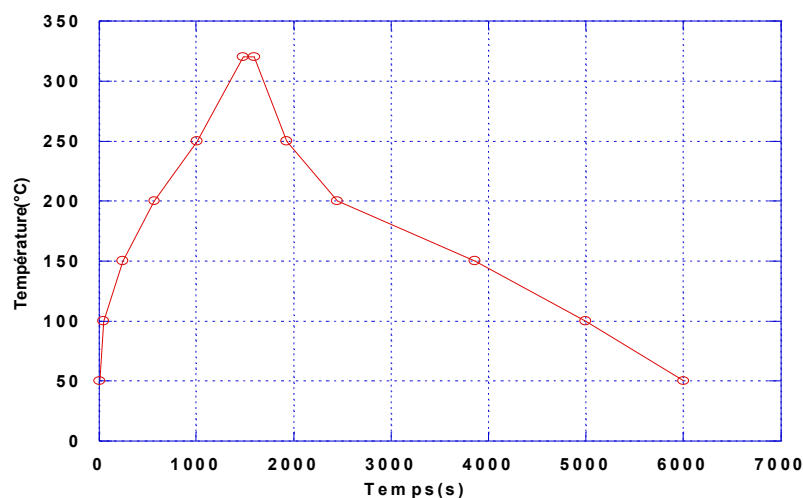


Figure (IV. 21). Variation de la température en fonction du temps

On constate que la courbe de variation de la température en fonction du temps est similaire à une charge est décharge d'un condensateur. La phase de charge est celle qui commence après la mise en marche du four ; par contre la phase de décharge est celle après l'arrêt automatique ou manuelle du four sous refroidissement naturel.

5.4.3. Cycles de frittage des séries d'échantillons

Après plusieurs tentatives de frittage infructueuses d'échantillons, nous avons opté le cycle de frittage de 30 minutes et un cycle de refroidissement naturel d'environ 1 heures et 40 minutes qui sont représenté par la figure ci-dessous.

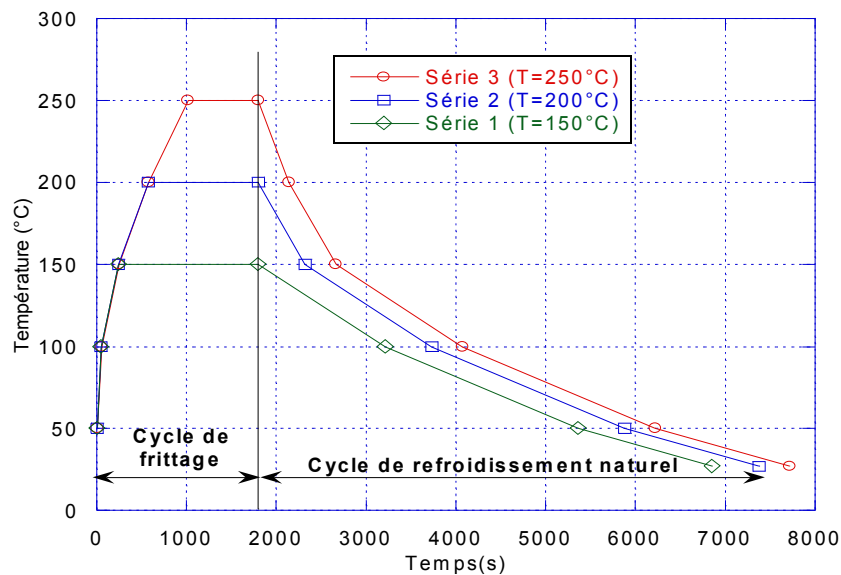


Figure (IV. 22). Les cycles de frittage des échantillons réel opté

5.4.4. Mesure de la densité des échantillons

Pour voir l'état des échantillons du point de vue contamination en pores d'aires on a procédé à la mesure de la densité de chaque échantillon. Après des mesures de volume et de masse effectuées avant et après frittage des échantillons on a constaté que cette dernière n'a pas changé sensiblement et donc la densité théorique peut nous donner une aidé sur la contamination des échantillons en pores d'aires. La densité théorique peut être calculée par la relation :

$$\rho_T = v_{Re}\rho_{Re} + v_{BT}\rho_{BT} + v_C\rho_{Cu_2O} \quad (IV.115)$$

Avec

$$v_{Re} + v_{BT} + v_{Cu_2O} = 1 \quad (IV.116)$$

Ou v_{Re}, v_{BT} et v_{Cu_2O} sont les fractions volumiques et les densités de Re, BT et Cu_2O et ρ_{Re}, ρ_{BT} et ρ_{Cu_2O} respectivement.

Après l'usinage des échantillons on a mesuré le poids des échantillons avec une balance électronique de précision de quatre chiffres après la virgule et leurs dimensions (la hauteur (H), largeur (e), longueur (L)) avec un pied à coulisse, les mesures sont mentionnées dans le Tableau (IV.6) ci-dessous :

Tableau (IV. 6). La variation de la densité des échantillons en fonction des fractions volumiques

Fraction volumique Résine-BT- Cu_2O	Densité (g/mm^3) *1000 à T=150°C	Densité (g/mm^3) *1000 à T=200°C	Densité (g/mm^3) *1000 à T=250°C	Densité théorique à la T° ambiante (27°C)
70-00-30	2.53	2.48	2.50	2.67
70-10-20	2.40	2.26	2.27	2.64
70-20-10	2.38	2.39	2.35	2.61
70-30-00	2.45	2.41	2.36	2.57

a- Densité des échantillons en fonction de la fraction volumique du BT

Les valeurs de la densité obtenus par mesure et par calcul théorique en utilisant la formule (IV .113) sont représentés sur la Figure (IV.23).

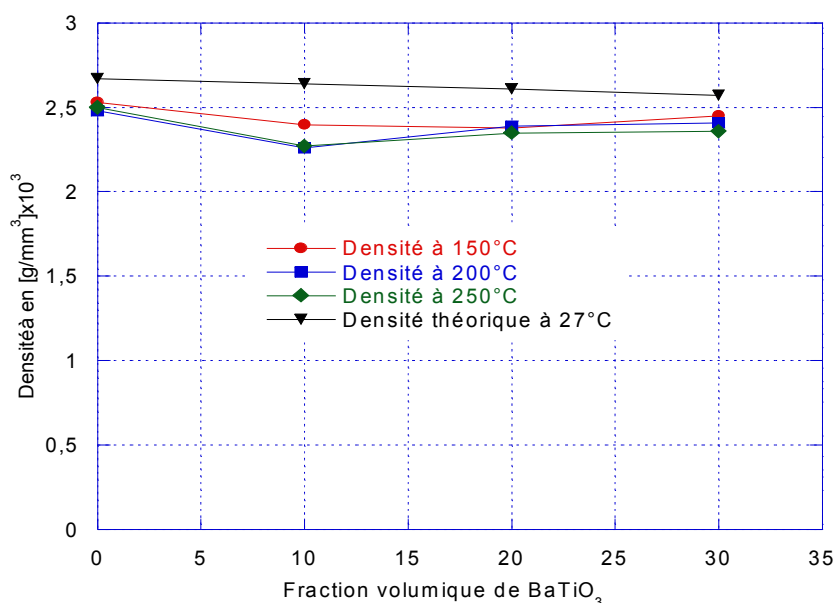


Figure (IV. 23). Variation de la densité en fonction de la fraction volumique de BT

D'après la Figure (IV.23), on constate que la densité des échantillons est presque invariante pour chaque concentration, l'écart entre la densité théorique et la densité mesurée (Figure (IV.23)) est due essentiellement à la présence des pores d'air dans le composite qui sont produits pendant le processus de malaxage à cause de la viscosité élevée du système. Cet écart est presque constant peut être expliqué par la constante de solubilité de l'air dans la résine sachant que le volume de celle-ci est fixé à 70%. On peut calculer la fraction volumique des pores d'airs dans chaque échantillon par le rapport entre la densité théorique et mesurée sur le volume totale de l'échantillon. On remarque une légère différence de densité pour la concentration de 10% de BT peut être due à la dispersion des mesures.

b- Variation de la densité des échantillons en fonction de la température de frittage

Pour avoir une idée sur l'effet de frittage sur la densité des échantillons nous avons présenté la variation de la densité des échantillons en fonction de la température dans la Figure (IV.24). On remarque que la température n'a pas d'effet significatif sur la densité des échantillons (Figure (IV.24)).

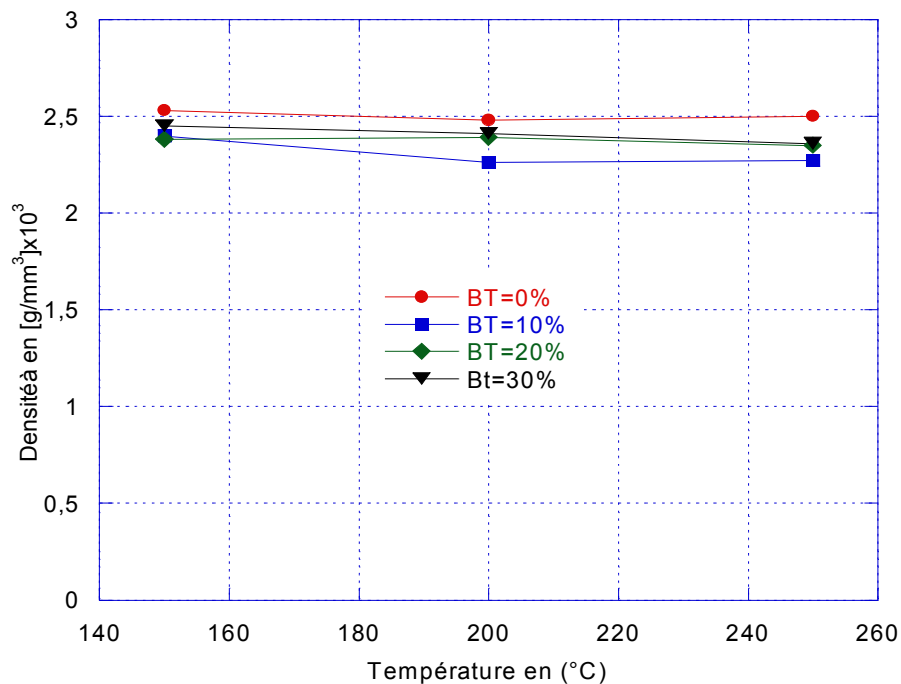


Figure (IV. 24). Variation de la densité en fonction de la température de frittage

5.5. Usinage des échantillons

Pour la caractérisation à fréquence fixe, on a besoin d'échantillons de forme parallélépipède, de dimensions identiques à celles du guide rectangulaire utilisé dans ce banc de mesure. Un

usinage délicat doit être fait par polissage, afin d'obtenir des surfaces planes et perpendiculaires à la direction de propagation, et on doit avoir les dimensions adéquates de telle façon que lorsque l'échantillon est introduit dans le guide, il doit y avoir un contact complet et parfait entre ses quatre faces et celle du guide. La section du guide a une largeur $L = 23\text{mm}$ et une hauteur $H = 10\text{mm}$. Pour le guide coaxial, le diamètre extérieur $\varphi_{\text{ext}} = 7\text{mm}$ et un diamètre $\varphi_{\text{int}} = 3\text{mm}$ en prend différents épaisseurs e qui ne doit guère dépasser les 2mm . C.à.d. e très inférieur à la longueur d'onde λ pour toutes séries d'échantillons.

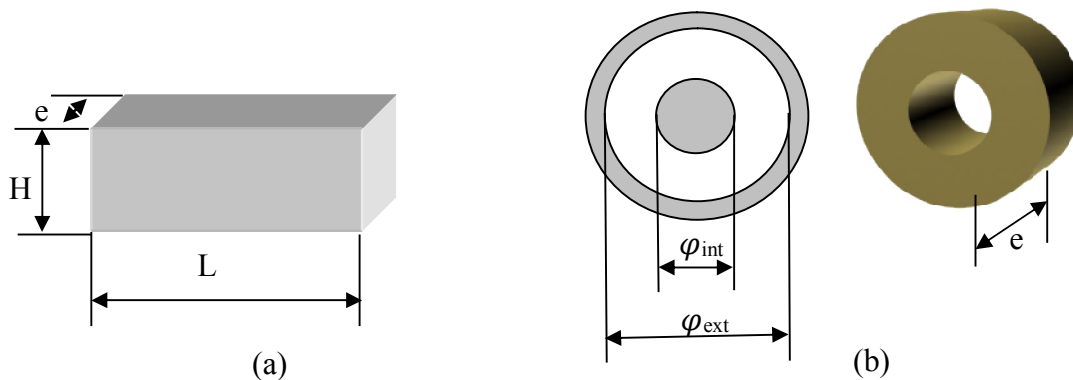


Figure (IV. 25). Echantillon parallélépipède (a), Echantillons cylindrique creux (b)

Remarque

Dans cette étude, nous fait des mesures avec le banc à fréquence fixe en utilisant les échantillons en forme parallélépipède, ensuite, nous avons coupé chaque échantillons en deux pour avoir deux échantillons. A la fin, nous avons pu avoir 24 échantillons qui sont mis sous forme cylindrique creux. Ce qui permet d'avoir deux mesures pour chaque matériau par la TDR et confirme encore les résultats obtenus.

6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différentes méthodes expérimentales utilisées : le banc à fréquence fixe, cette technique ne permet pas des mesure en basses fréquences, elle est utilisée généralement en micro-ondes c.à.d. dans la bande X (8,2 et 12,4 GHz). Le banc de réflectométrie dans le domine temporel pour la caractérisation électromagnétique des milieux diélectriques. Le choix de la méthode à utiliser s'est fait selon plusieurs considérations. D'abord, il y a les contraintes mécaniques qui imposent que l'échantillon ne peut pas atteindre des longueurs importantes et il doit se limiter à une longueur (ou épaisseur) relativement petite. Ceci dit, la méthode de la première réflexion, qui nécessite des échantillons de grandes

longueurs, est déjà à écarter. Donc, on est ramené à utiliser les méthodes des réflexions multiples.

La méthode du court-circuit, et comme on l'a déjà mentionné, ne permet pas la détermination de la permittivité diélectrique dans les basses fréquences ou lorsque les échantillons sont assez minces, ce qui est notre cas. Les deux dernières méthodes qui nous restent sont les plus appropriées pour notre cas d'étude. Cependant, pour la méthode de la ligne ouverte l'inconvénient majeur est l'impossibilité d'avoir une impédance terminale infinie. La méthode de la charge adaptée reste la plus pratique notamment qu'elle permet la détermination directe de la nature du matériau à partir des courbes temporelles expérimentales, et permet aussi de calculer la conductivité électrique du matériau à partir de la valeur asymptotique du coefficient de réflexion. Finalement, on a opté pour cette dernière méthode qui est la plus convenable à nos matériaux. Nous notons ici aussi, la phase de préparation est une phase d'une importance parce qu'elle cause toutes les résultats de l'étude d'un côté et de l'autre côté le frittage doit être fait soigneusement pour que les échantillons ne se brûlent pas. Ceci peut être fait en choisissant une rampe de montée de la température de frittage adéquate.



Chapitre V
Résultats et discussions

1. Introduction

Dans ce chapitre, on s'intéresse à l'étude et la modélisation du comportement diélectrique d'un composite ternaire préparé à température ambiante avec un mélange fait de résine époxy (RE), du titanate de baryum BaTiO_3 et d'oxyde de cuivre (Cu_2O), fritté à trois différentes températures (150°C, 200°C et 250°C). On a utilisé la réflectométrie dans le domaine temporel (TDR) pour caractériser les échantillons dans la plage [DC à 2 GHz] en faisant une étude particulière en basse fréquence à 500 MHz. Celle-ci a été axée sur les effets de frittage et l'ajout du titanate de baryum sur les propriétés diélectriques. Les effets ont été quantifiés en fonction de la fraction volumique du BaTiO_3 et du CuO_2 selon une méthode d'optimisation basée sur les régressions non linéaires lors du calcul de la permittivité diélectrique du composite afin de minimiser les erreurs systématiques possibles et de montrer l'effet de ces deux constituants d'une manière quantitative.

De plus une explication sur l'effet de la température de frittage sur les mélanges ternaires est mise en relief à travers le modèle de Lichtenecker modifié. Toutefois, l'importance émanant de cette loi est allouée d'une part à la validation et la concordance des résultats expérimentaux avec ceux de la théorie et d'autre part à l'investigation de l'effet de la température sur le facteur de forme donné par le modèle de Lichtenecker modifiée.

2. Analyse spectrale

2.1. Comportement de la permittivité du composite

L'étude du comportement fréquentiel en large bande permet la détection de probables phénomènes de relaxations. La Figure (V. 1) représente les différents spectres sur une largeur de bande qui varie du DC à 2 GHz pour plusieurs compositions du mélange. On constate que les spectres sont plats et fléchissent légèrement en fonction de l'évolution de la fréquence. Dans cette section nous allons présenter les résultats obtenus par la réflectométrie dans le domaine temporel (TDR). Afin de voir le comportement de la permittivité (ϵ' et ϵ'') du composite ternaire en fonction de la température de frittage et de la fréquence, les résultats obtenus sont représentés dans la Figure (V.2).

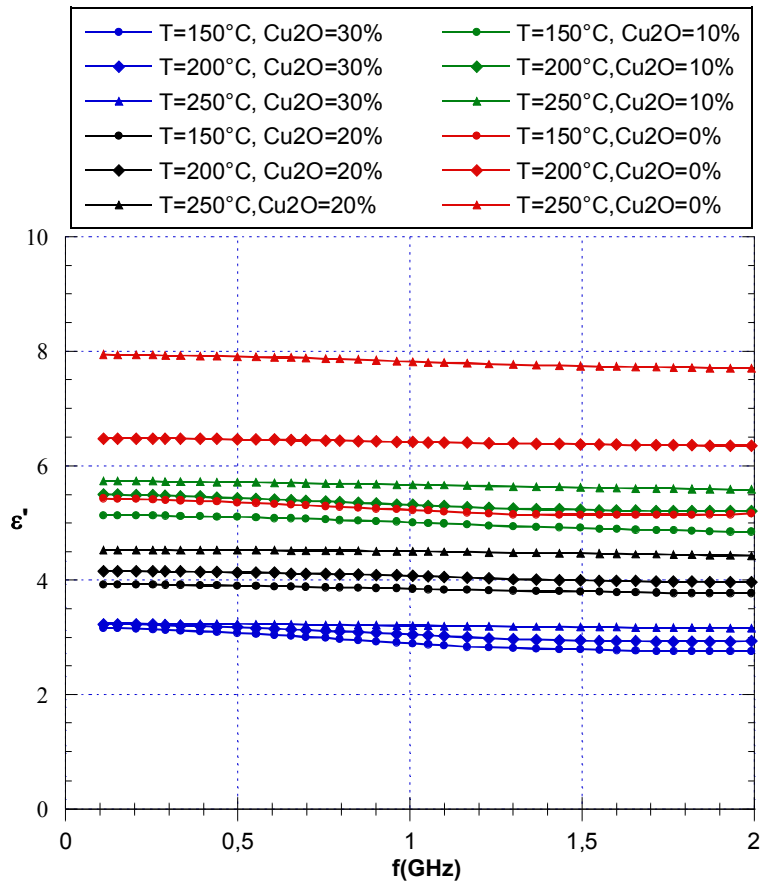


Figure (V. 2). Variation of ϵ' en fonction de la fréquence

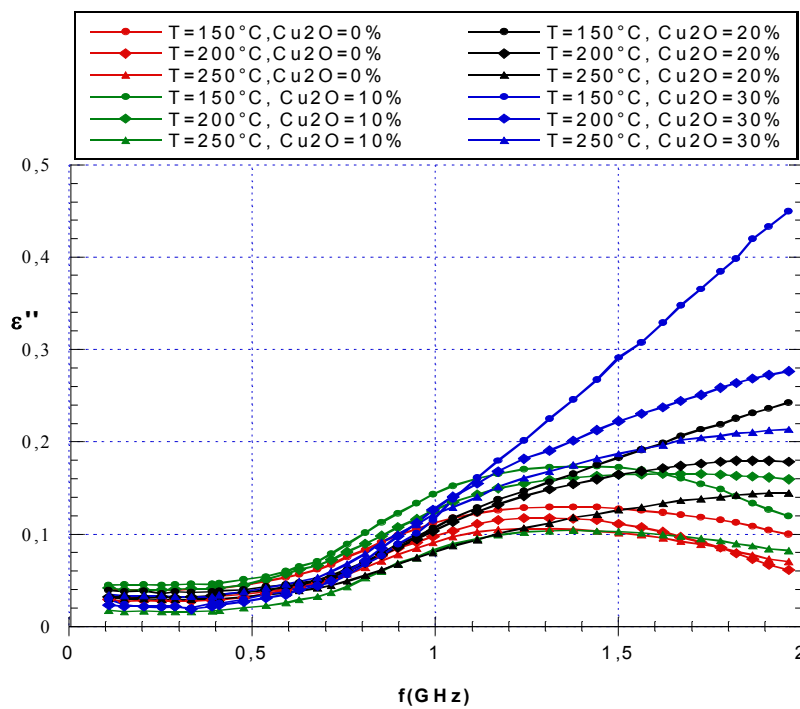


Figure (V.3). Le comportement de ϵ'' du composite en fonction de la fréquence et la température de frittage

La figure (V.1). Représente le comportement de la permittivité ε' du composite ternaire fritté en fonction de la fréquence qui présente un spectre plat avec une légère diminution en haute fréquences. Les spectres relatifs aux différentes températures sont confondus pour des échantillons dépourvus de BT précisant ainsi un effet de température quasi négligeable. Cependant, l'inclusion croissante du BT avec l'élévation de température de frittage fait apparaître une amélioration graduelle de la permittivité et qui devient fort éminent pour une fraction volumique de 30% de BT.

A cette phase d'inclusion, l'augmentation de température provoque un écart de valeur de permittivité fort appréciable justifiant ainsi son apport diélectrique d'une façon avantageuse. Commencent à présenter un important contraste au fur et à mesure que la concentration du titanate de baryum augmente. Quant aux valeurs de ε'' obtenues en fonction de la fréquence, des fractions volumiques du titanate de baryum et de la température de frittage, elles sont représentées dans la figure (V.2). L'examen de la courbe de cette permittivité qui caractérise le côté conducteur du composite fait apparaître un phénomène inverse à celui de la permittivité diélectrique.

Cette permittivité là pour un composite dépourvu de BT chute considérablement lors de l'augmentation de la température. Par contre, l'ajout croissant du BT dans le mélange procure un effet de décroissance de ε'' prédominant par rapport à celui de la hausse de température qui en contribue que de très peu. !

2.2. Comportement de la conductivité du composite

A partir de l'équation (I.38), on donne la conductivité du composite ternaire dont les résultats obtenus sont représentés par la figure (V.3). Celle-ci exhibe l'évolution de ce paramètre ci en termes de fractions volumique du titanate de baryum et de la température pour une même gamme de fréquence. Une fois de plus on aperçoit à partir de cette courbe que la concentration du titanate de baryum et l'augmentation de la température de frittage réduisent considérablement la conductivité.

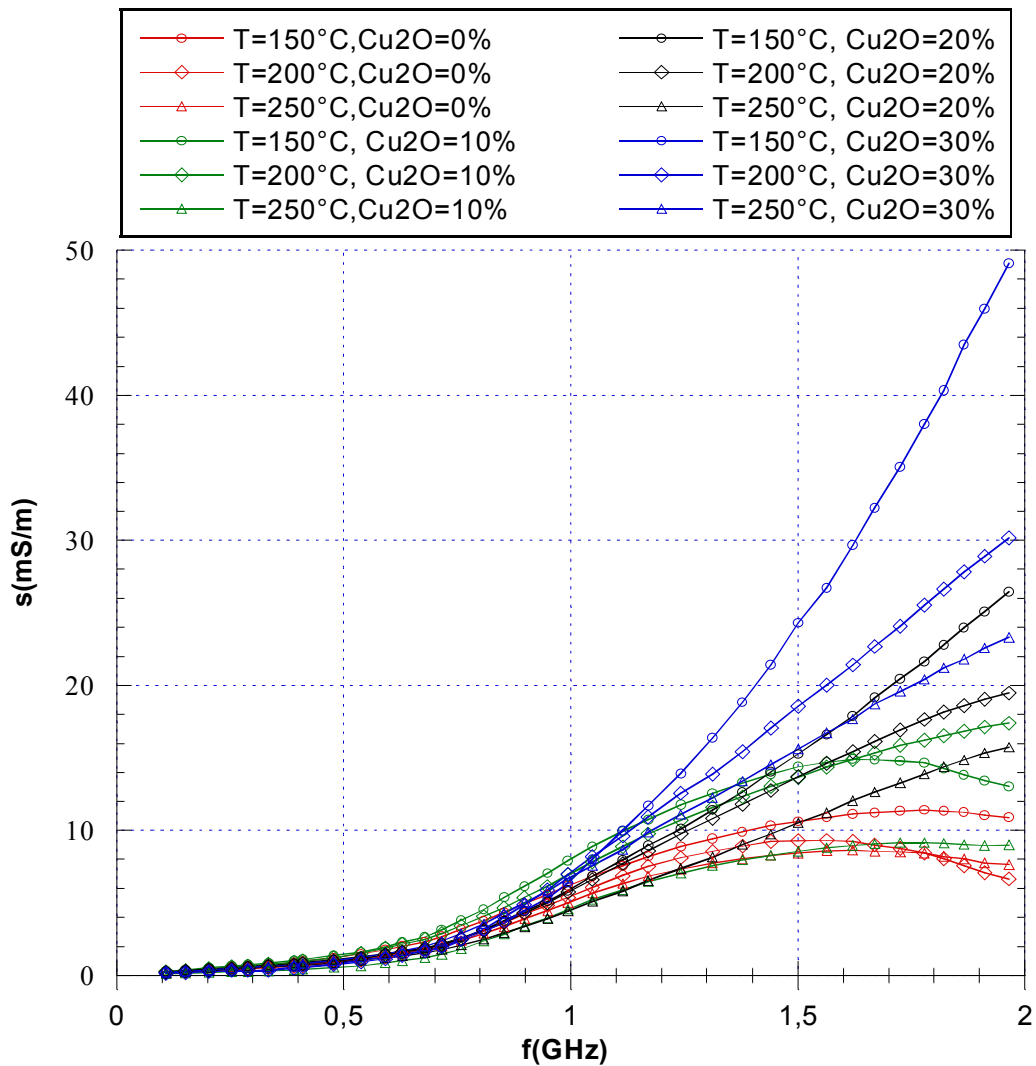


Figure (V.4). Variation de la conductivité du composite en fonction de la fréquence et la température de frittage

2.3. Comportement spectrale du module électrique

Les effets des phénomènes de relaxation dans le polymère et les systèmes composites peuvent être présentés et être étudiés au moyen de différents formalismes (c.-à-d. permittivité diélectrique, module électrique, conductivité électrique et de l'impédance complexe). Tous les quatre formalismes sont capables de décrire les phénomènes électriques qui sont présents dans les composites et les systèmes complexes (composite ternaire dans notre cas).

Dans la présente étude, les processus de relaxation diélectriques sont étudiés en termes du module électrique. Ce dernier est défini comme la quantité inverse de la permittivité complexe [81-84] donné par l'équation (V.1).

$$M^*(\omega) = \frac{1}{\varepsilon^*(\omega)} = \frac{1}{\varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega)} = \frac{\varepsilon'(\omega)}{\varepsilon'^2(\omega) + j\varepsilon''^2(\omega)} + j \frac{\varepsilon''(\omega)}{\varepsilon'^2(\omega) + j\varepsilon''^2(\omega)} = M'(\omega) + jM''(\omega) \quad (V.1)$$

Où M' et M'' sont la partie réelle et imaginaire du module électrique respectivement.

La Figure (V.4) montre un minima pour M'' pour une charge de 10% de BT (c.-à-d. une charge de 20% de Cu_2O). Par contre le M' augmente au fur et à mesure que le taux en BT augmente c.-à-d. le même comportement que ε' . Le M'' présente un minima pour la fraction volumique 10% de BT ceci montre l'effet des particules de l'oxyde de cuivre dans la partie imaginaire du module électrique du composite ternaire et aucun effet sur la partie réelle et ceci présente une caractéristique intéressante pour ce système ternaire.

Les valeurs de M' sont très sensibles à la variation des fractions volumique du BT est presque insensible à la variation de la température, et présente des maximas pour la température 200°C par contre pour la seule concentration du BT =30% présente un minima pour cette température. Donc les paramètres électriques sont insensibles à la variation de la température mais par contre sensible à la variation des taux de charge. Les valeurs de M'' présentent des maximas pour la température 200°C, mais les valeurs de M'' diminuent en fonction de la température et ils ne sont pas sensible aux variations du taux de charge.

Nous avons aussi étudié le phénomène de relaxation diélectrique dans les composites ternaires en exploitant le module électrique. A cet effet les valeurs de M' et M'' sont calculés pour tous les échantillons élaborés en fonction de la fréquence.

La figure(V.9) présente la partie réelle et imaginaire du module électrique autours de la fréquence ou le processus de relaxation est présent pour les composites ternaires RE-BT- Cu_2O . La présence des processus de relaxation devient évidente par l'intermédiaire des sauts du bas aux valeurs élevées dans les spectres de M' , et de la formation des pics de perte dans les courbes de M'' . Ces derniers deviennent plus en plus importants au fur et à mesure que la fraction volumique du Cu_2O augmente. Dans tous les cas étudiés elle est évidente en l'occurrence d'un processus de relaxation en haute fréquence. Le module électrique a vulgarisé une autre relaxation au voisinage de 2GHz pour les grandes concentrations en Cu_2O .

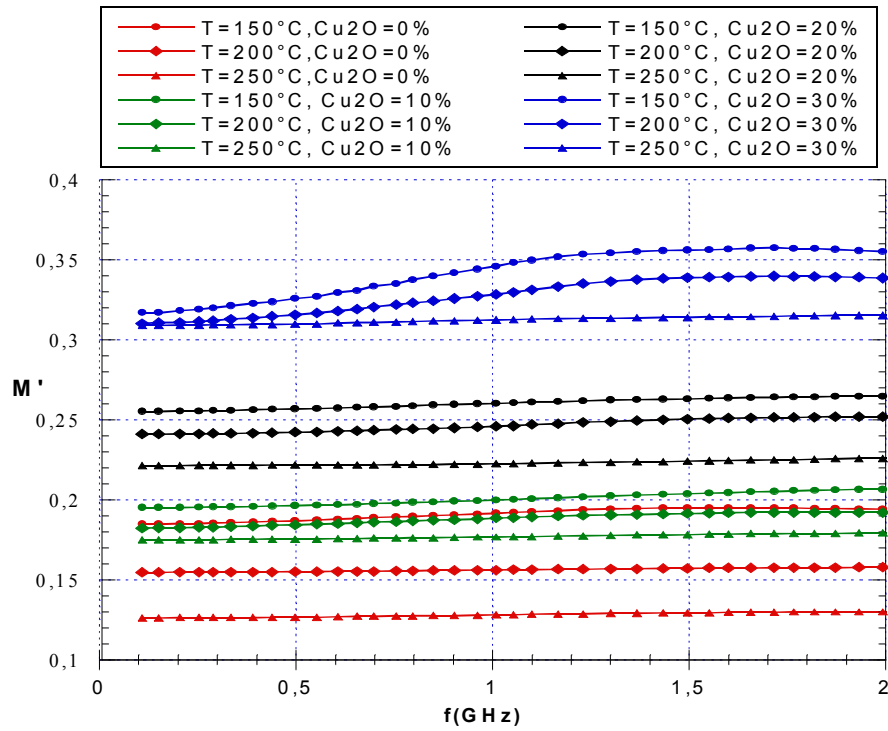


Figure (V.5). Le comportement de la partie réelle du module électrique M' du composite en fonction de la fréquence et la température de frittage

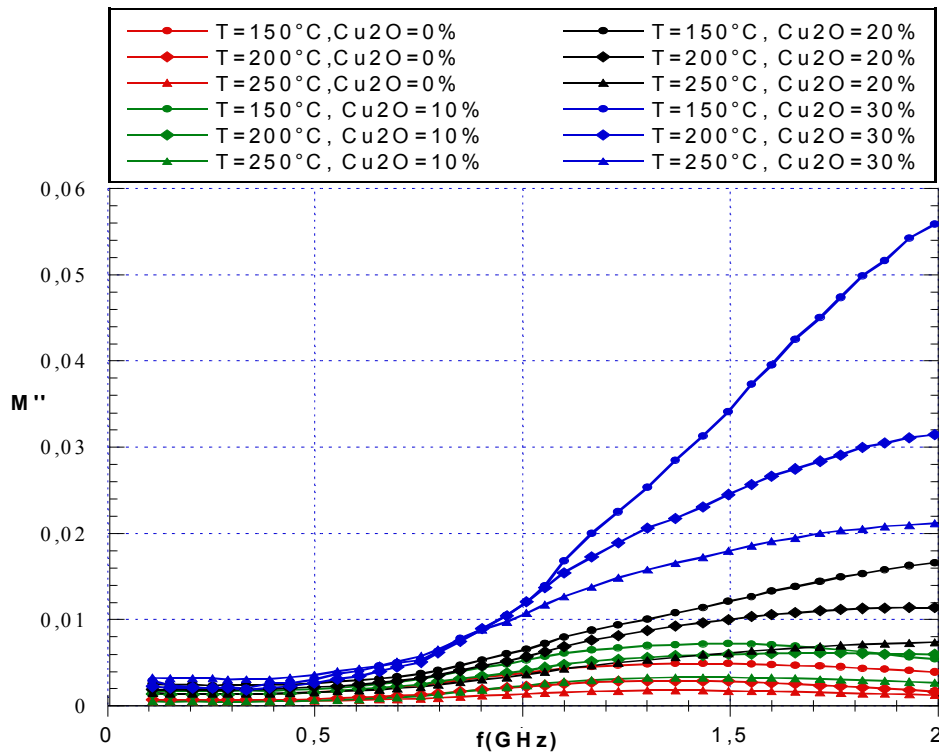


Figure (V.6). Le comportement de la partie imaginaire du module électrique M'' du composite en fonction de la fréquence et la température de frittage

3. Analyse basse fréquence

3.1 Modélisation de la permittivité du composite

Plusieurs lois sont proposées et utilisées pour étudier les propriétés diélectriques des matériaux composites tels que le module électrique, la conductivité électrique et l'impédance complexe. Tous ces formalismes sont capables de décrire les phénomènes électriques présents dans les matériaux composites aussi simples que complexes. Cependant, un ou plusieurs d'entre eux pourraient s'avérer plus aptes à révéler et mettre en évidence les mécanismes physiques [85-90]. Pour la prédiction de l'effet des phases et des formes d'inclusions dans les propriétés électriques des nano-composites un autre ensemble de lois ont été appliquées tels que Maxwell-Garnet, Wiener, et la loi de mélanges aléatoires de Lichtenecker.

Le comportement diélectrique des matériaux composites hétérogènes a été souvent sujet de modification pour différentes raisons à savoir la composition du composite, la morphologie des phases, et les conditions de préparations telles que la température et autres. L'étude prédictive des propriétés diélectriques de ce type de composite a eu recours à l'application de plusieurs lois de mélange [85-90]. Cependant, celles-ci restent confinées à certains domaines et pour des cas spécifiques de composites non hétérogènes et des mélanges non aléatoires. Seulement des tentatives en vue de développer de nouveaux modèles se multiplient à des matériaux composites contenant des concentrations de charges assez importantes dans la matrice hôte et dont des inclusions granulaires ayant des formes géométriques différentes, et une distribution diversifiée et aléatoires, font encore l'objet de nombreuses discussions et d'études scientifiques.

Dans la foulée de ces études, une solution alternative aux lois de mélange telles que Wiener, Birchak Hanai et Böttcher utilisées pour décrire le milieu diélectrique hétérogène est venu se substituer à ces théories en raison de leur absence d'une description complète et universelle. Cette étude proposée est basée sur le formalisme de type de Maxwell Garnett tel que décrit par Wakino et al [49,50] et construit par l'utilisation de la loi modifiée de Lichtenecker. Cette loi probabiliste, qui a des réponses au problème du comportement des matériaux, a permis non seulement d'évaluer la constante diélectrique mais aussi d'être étendue à la permittivité complexe dans la gamme des hautes fréquences atteignant quelques GHz [49, 50].

La valeur de la constante de la permittivité diélectrique effective ε_c du mélange a été déduite de la relation que nous exprimons comme :

$$\ln(\varepsilon_c) = f_1 \cdot \ln(\varepsilon_1) + f_2 \cdot \ln(\varepsilon_2) \quad (\text{V.2})$$

Avec

$$f_1 + f_2 = 1$$

Où, f_1, f_2, ε_1 et ε_2 sont les fractions volumiques et les constantes diélectriques de la charge et de la matrice respectivement.

On se basant sur son aspect général, la loi empirique peut être généralisé pour des composites à N phases suivant la relation :

$$\ln(\varepsilon_c) = \sum_{k=1}^N f_k \cdot \ln(\varepsilon_k) \quad (\text{V.3})$$

Avec

$$\sum_{k=1}^N f_k = 1$$

Dans le cas d'un composite ternaires (cas de notre étude), la permittivité effective du composite peut être écrit comme suit :

$$\ln(\varepsilon_c) = f_{RE} \cdot \ln(\varepsilon_{RE}) + f_{BT} \cdot \ln(\varepsilon_{BT}) + f_{Cu_2O} \cdot \ln(\varepsilon_{Cu_2O}) \quad (\text{V.4})$$

Avec

$$f_{RE} + f_{BT} + f_{Cu_2O} = 1$$

Où $(\varepsilon_{RE}, f_{RE}), (\varepsilon_{BT}, f_{BT})$ et $(\varepsilon_{Cu_2O}, f_{Cu_2O})$

sont la permittivité effective et la fraction volumique de RE, BT, et Cu_2O , respectivement.

Dans le cas du composite ternaire, fait de RE, BT et le Cu_2O , la constante diélectrique du mélange peut être calculée en utilisant dans la relation suivante :

$$\varepsilon_c = F_s \cdot \varepsilon_{RE}^{f_{RE}} \cdot \varepsilon_{BT}^{f_{BT}} \cdot \varepsilon_{Cu_2O}^{f_{Cu_2O}} \quad (\text{V.5})$$

Les paramètres inconnus comme la permittivité diélectrique de chaque constituant et le facteur de forme F_s peuvent être évalués en utilisant les régressions non linéaires (RNL) [91, 92]. Dans ce processus de modélisation basé sur la loi de Lichtenecker modifiée, il est essentiel de rechercher ce facteur de forme pour le composite ternaire formé avec l'oxyde, le titanate et la résine époxy. Ce facteur doit être en bonne cohérence avec l'utilisation de la loi dans les limites supérieure et inférieure de Wiener, d'une part, et obtenir un modèle qui décrit avec précision le comportement diélectrique du mélange. La permittivité effective donnée par le modèle direct et indirect de Wiener est donnée par les expressions :

$$\varepsilon_{WD} = f_{RE} \cdot \varepsilon_{RE} + f_{BT} \cdot \varepsilon_{BT} + f_{Cu_2O} \cdot \varepsilon_{Cu_2O} \quad (\text{V.6})$$

$$\varepsilon_{WID} = 1 / \left(\frac{f_{RE}}{\varepsilon_{RE}} + \frac{f_{BT}}{\varepsilon_{BT}} + \frac{f_{Cu_2O}}{\varepsilon_{Cu_2O}} \right) \quad (\text{V.7})$$

La permittivité effective du composite doit vérifier la condition de Wiener :

$$\varepsilon_{WID} \leq \varepsilon_c \leq \varepsilon_{WD} \quad (V.8)$$

Dans cette étude, nous avons utilisé la loi de Lichtenecker comme modèle de base pour la modélisation de la permittivité du composite. Afin de prédire la permittivité d'un tel composite, les résultats obtenus de la modélisation par emploi de la loi de Lichtenecker ordinaire et celle de Lichtenecker modifié qui prend en considération l'effet de la forme des grains sont illustrés graphiquement en Fig.5 pour 3 températures de frittage différentes à savoir 150°C, 200°C et 250°C.

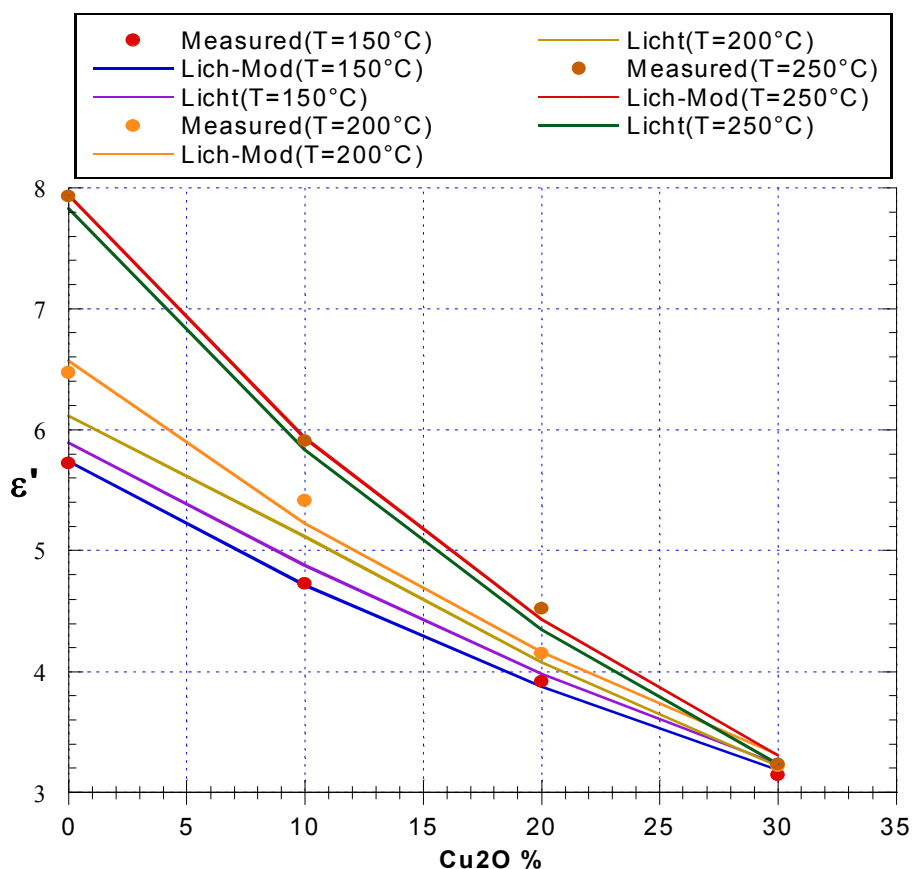


Figure (V. 7). Modélisation de la permittivité avec les lois de Lichtenecker et Lichtenecker modifié en fonction de la fraction volumique du Cu₂O

Ces résultats de la modélisation ont montré une corrélation entre mesures expérimentales et le modèle de Lichtenecker. Quant au modèle de Lichtenecker modifié, on assiste à une très bonne approximation entre son approche et l'expérimental où il est montré clairement l'effet des grains ou bien l'effet de la morphologie du composite sur la permittivité. Il est suivi dans cette même

étude analytique, l'estimation de l'erreur quadratique (SE) entre les mesures et les différents modèles calculées, pour montrer d'un côté le modèle le mieux adapté aux mesures, et une meilleure quantification de l'effet des grains d'un autre côté. Ce type d'erreur est utilisée généralement dans les statistiques afin d'aboutir à une meilleure estimation d'un modèle de calcul et il s'exprime comme une valeur numérique à la différence au carrée entre les valeurs estimées à partir du modèle et les valeurs réelles ou mesurées. Plus le SE est grand, plus l'estimation est loin des points des données réelles. Ce qui permet l'évaluation de l'estimateur ou bien le modèle théorique. Le SE peut être calculé en utilisant l'expression :

$$SE = (\varepsilon'_{i\text{Meaure}} - \varepsilon'_{i\text{Model}})^2 \quad (\text{V.9})$$

Où $\varepsilon'_{i\text{Meaure}}$ et $\varepsilon'_{i\text{Model}}$ sont les valeurs de points mesurés et les points estimés par l'estimateur ou bien le modèle respectivement. Un autre paramètre peut être aussi utilisé, appelé erreur quadratique moyenne (MSE) très utilisé dans la littérature. Elle est donnée par l'expression :

$$MSE = \frac{SE}{n} \quad (\text{V.10})$$

Où n est le nombre de point mesurés.

Tableau (V. 1). Valeurs du MSE en fonction de la température de frittage pour les deux modèles

Température (°C)	MSE (Mesuré- Lichtenecker- Modifié)	MSE (Mesuré- Lichtenecker)
150	0.00090	0.015575
200	0.013075	0.055300
250	0.003475	0.011650

Les valeurs du MSE du tableau (V.1) montrent que le nouveau modèle proposé ou le modèle de Lichtenecker modifié qui prend en considération le facteur de forme et le mieux adapté aux mesures expérimentales traduit par un MSE minimale.

Aux grandes concentrations en BT apparaît l'effet du facteur de forme en une erreur quadratique maximale du modèle de Lichtenecker, qui signifie que l'effet des grains du BT est considérable. Par contre aux basses concentrations du BT (une grande concentration de Cu_2O) l'effet de la morphologie du Cu_2O est imperceptible. On note que la combinaison de la loi de Lichtenecker

et Lichtenecker modifié et l'erreur quadratique permettent de montrer l'effet de la morphologie sur le comportement diélectrique des composites à plusieurs phases.

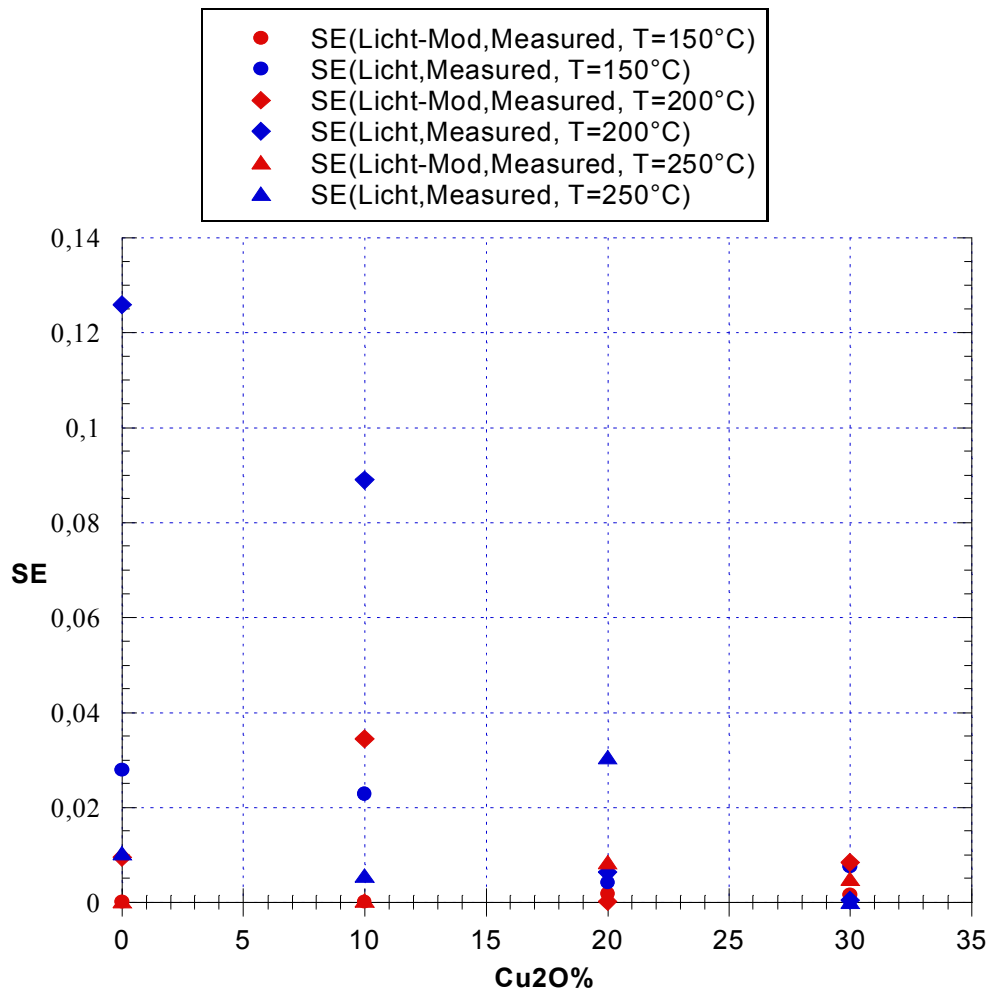


Figure (V. 8). Représentation de l'erreur quadratique SE en fonction de la fraction volumique du Cu₂O

La Figure(V.7) représente une comparaison des permittivités mesurées avec celles obtenues des différents modèles (Lichtenecker modifié, Wiener direct et Wiener indirect). En analysant les graphes de cette figure, on constate que les courbes de permittivités mesurées et calculées par la loi de Lichtenecker modifiée sont limitées par les modèles de Wiener directe et indirecte tout en vérifiant l'inégalité de Wiener équation (V.7).

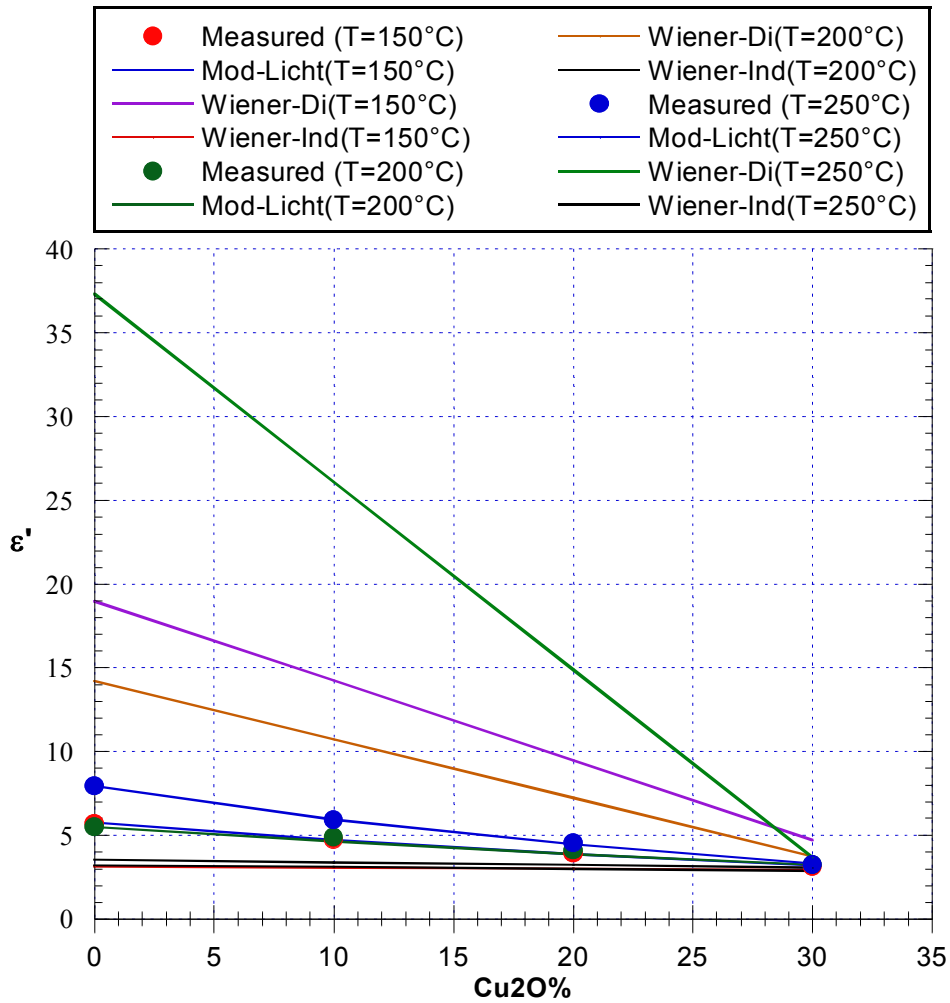


Figure (V. 9). Représentation de la permittivité en fonction de la fraction volumique du Cu₂O avec les différents modèles à T = 150 °C, T = 200 °C, et T = 250 °C

La Figure (V.8) montre que la loi modifiée de Lichtenecker vérifié les conditions de Wiener direct et indirect et nous donne une bonne prédiction de la permittivité des composites à plusieurs phases.

3.2. Comportement du facteur de forme en fonction de la température

Dans cette étude, nous avons proposé un modèle théorique sous forme polynomiale pour modéliser le facteur de forme qu'on notera comme suit :

$$F_s(T) = p_1 \cdot T^2 + p_2 \cdot T + p_3 \quad (\text{V.11})$$

L'utilisation de ce modèle paramétriques, dont les paramètres p_1 , p_2 et p_3 peuvent être déterminés selon la méthode de régressions non linéaires (RNL) nous permet d'écrire l'équation (V.5) sous la forme :

$$F_s(T) = p_1 \cdot T^2 + p_2 \cdot T + p_3 \quad (\text{V.12})$$

On note que ce modèle est fonction de la température de frittage $F_s(T)$ et peut prendre autre forme ou modèle (modèle linéaire) cela dépendra soit de la morphologie ou l'effet de la température sur cette dernière. En utilisant les régressions non linéaires (RNL), sur le modèle paramétrique de Lichtenecker modifié ; équation (V.5), nous avons pu avoir les paramètres optimal inconnues tel que les permittivités effectives de chaque phase, ainsi que le facteur de forme qui est représenté en fonction de la température dans la Figure (V.8).

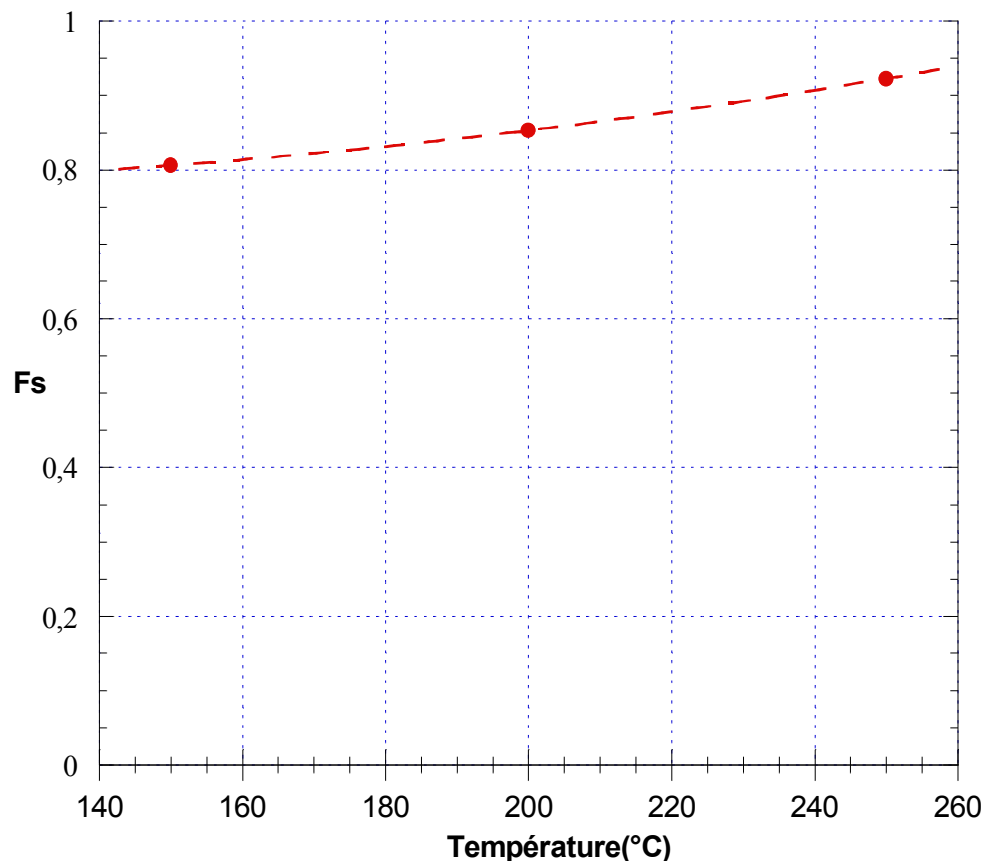


Figure (V. 10). Variation du Facteur de forme en fonction de la température de frittage

Ce facteur est inférieure à l'unité ; est prend des valeurs entre 0.81 et 0.93. Le frittage augmente le facteur de forme légèrement avec une pente d'environ 5.83%.

L'extraction des paramètres du modèle de Lichtenecker modifié, nous avons obtenu en plus du facteur de forme les permittivités individuelles de chaque matériau utilisé dans le composite pour chaque température de frittage. Les résultats obtenus sont représentés dans la Figure(V.9).

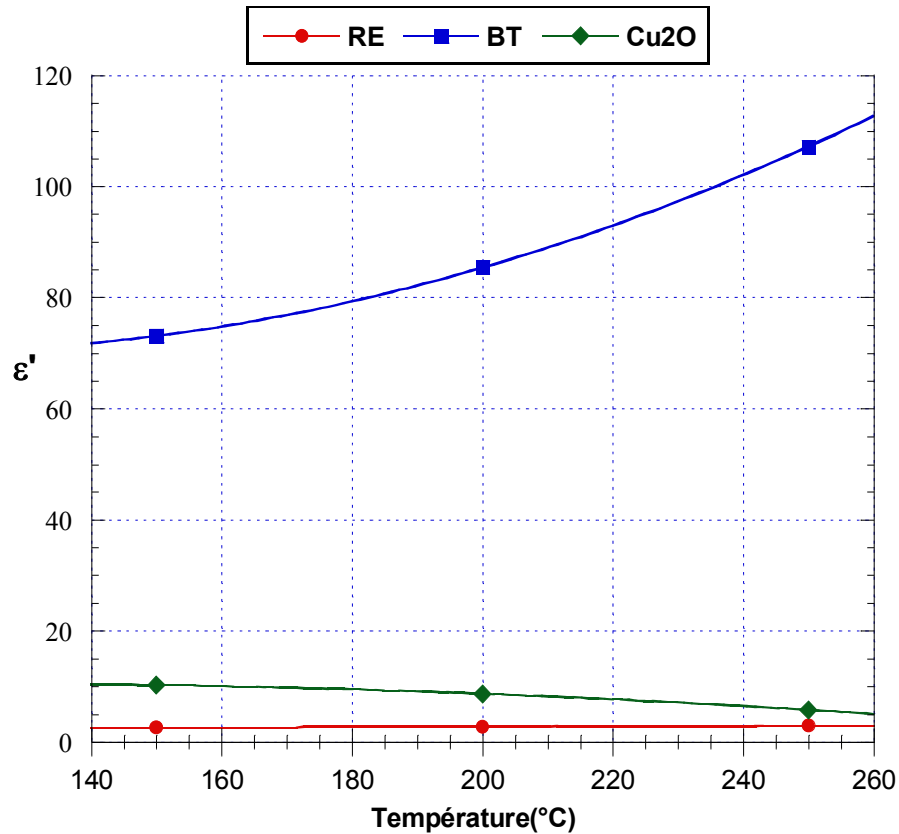


Figure (V. 11). Variation de la permittivité de BT, Cu₂O, et RE en fonction de la température de frittage

La Figure(V.10). montre que la permittivité du titanate augmente en fonction de la température de frittage à l'encontre de la permittivité de l'oxyde de cuivre qui diminue mais légèrement. Alors que l'effet de frittage sur la permittivité de la résine époxy est presque nul. Ceci est dû à la nature des matériaux qui pour les titanates qui sont des céramiques disposent de permittivités qui augmentent avec des températures de frittage croissantes et pouvant atteindre des valeurs hautement élevées jusqu'à 4000. Quant à l'oxyde de cuivre qui considéré comme un oxyde métallique fournit une permittivité qui diminue sous température de frittage. Par contre la température de frittage n'a presque aucun effet sur la permittivité de la résine époxy(RE), mais elle contribue à l'augmentation de sa rigidité mécanique. Les figures de mérite (FoMs) sont aussi considérées comme paramètres indicateurs de l'effet thermique sur les matériaux et font large usage pour comparer des composites ayant des propriétés modifiées. Ils dévoilent clairement l'effet de chaque phase sur le comportement de la permittivité du composite binaire

(BT-RE et Cu₂O-RE). Afin de décrire l'amélioration relative de la constante diélectrique dans une matrice donnée de polymère, pour une fraction volumique (f_2) de la charge utilisée, un FoM peut être défini comme suit [93] :

$$FoM = \frac{\varepsilon'_c - \varepsilon'_1}{\varepsilon'_1} \cdot \frac{1}{f_2} \quad (V.13)$$

Où ε'_c and ε'_1 sont les constantes diélectriques du composite binaire et de la matrice de polymère, respectivement. A titre de comparaison, nous avons calculé les valeurs du FoM des composites binaires RE-BT et RE-Cu₂O en fonction des trois températures de frittage (150°C, 200°C et 250°C). Les valeurs des FoMs calculées en fonction de la température sont présentées par la Figure (V.11).

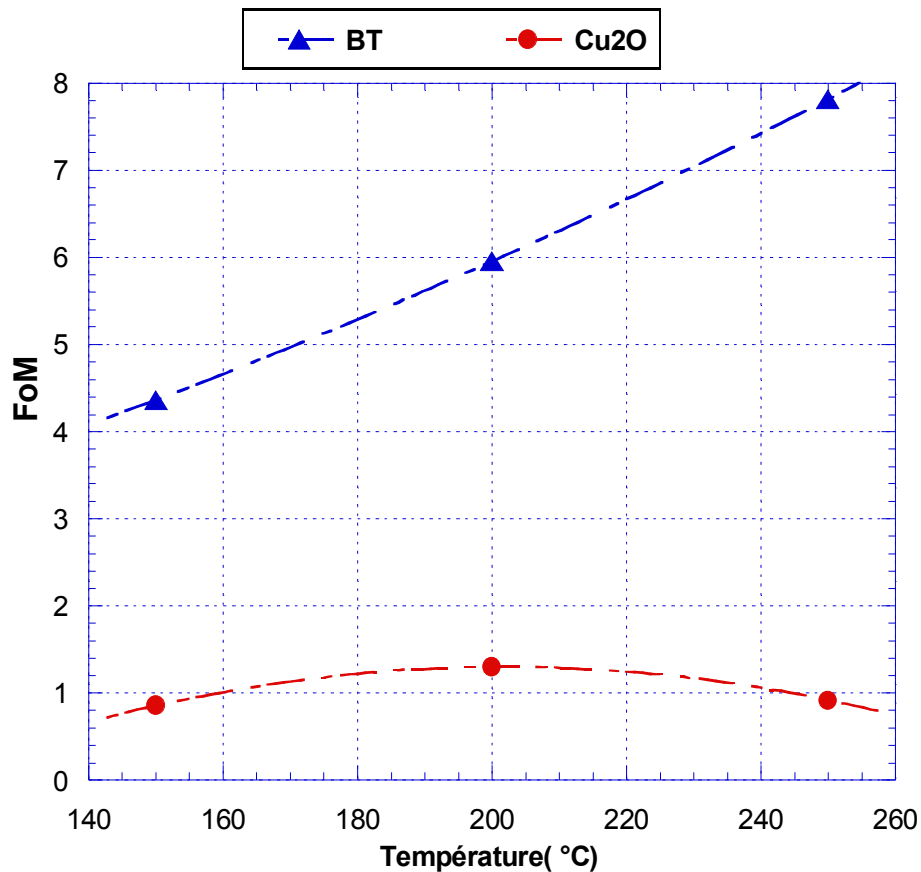


Figure (V. 12). FoM (Figure de mérite)

D'après la Figure (V. 11), on constate que le FoM de BT croit avec l'élévation de la température de frittage. En outre, l'effet de BT sur la permittivité du composite est nettement meilleur que celui du Cu₂O. Le FoM dans ce cas justifie l'effet superbe de la température de frittage sur la permittivité du BT par rapport à celui enregistré sur la permittivité du Cu₂O. Dans tous les cas,

les valeurs des FoMs du composite binaire RE-BT sont plus élevées et présentent une pente presque de 4% (croît linéairement) en fonction de la température par contre le composite RE-Cu₂O présente des FoMs presque fixes quasi indépendants de la température. L'impact du BaTiO₃ sur la constante diélectrique est très grand malgré l'utilisation des faibles fractions volumiques.

3.3. Etude de la conductivité statique du composite

La figure (V.12), représente la variation de la conductivité en fonction de la fraction volumique du BaTiO₃. Il est remarqué que les échantillons frittés à 150°C et à 200°C présentent pour ces deux températures respectives une conductivité statique qui croît progressivement jusqu'à un maximum de $10.60 \cdot 10^{-5} \text{ S/cm}$ pour une concentration de 19% de BT et $8.83 \cdot 10^{-5} \text{ S/cm}$ pour une concentration de 15% de BT. Par contre les échantillons frittés à température de 250°C fournissent des conductivités statiques qui diminuent de $20.96 \cdot 10^{-5} \text{ S/cm}$ à $2 \cdot 10^{-5} \text{ S/cm}$ au fur et à mesure que la concentration du BT incluse augmente. Dans la figure.9 on représente la variation de la conductivité statique en fonction de la température de frittage. On constate une dispersion de la conductivité pour une température de 250°C par rapport à 150°C et à 200°C dont les valeurs de la conductivité sont très rapprochées.

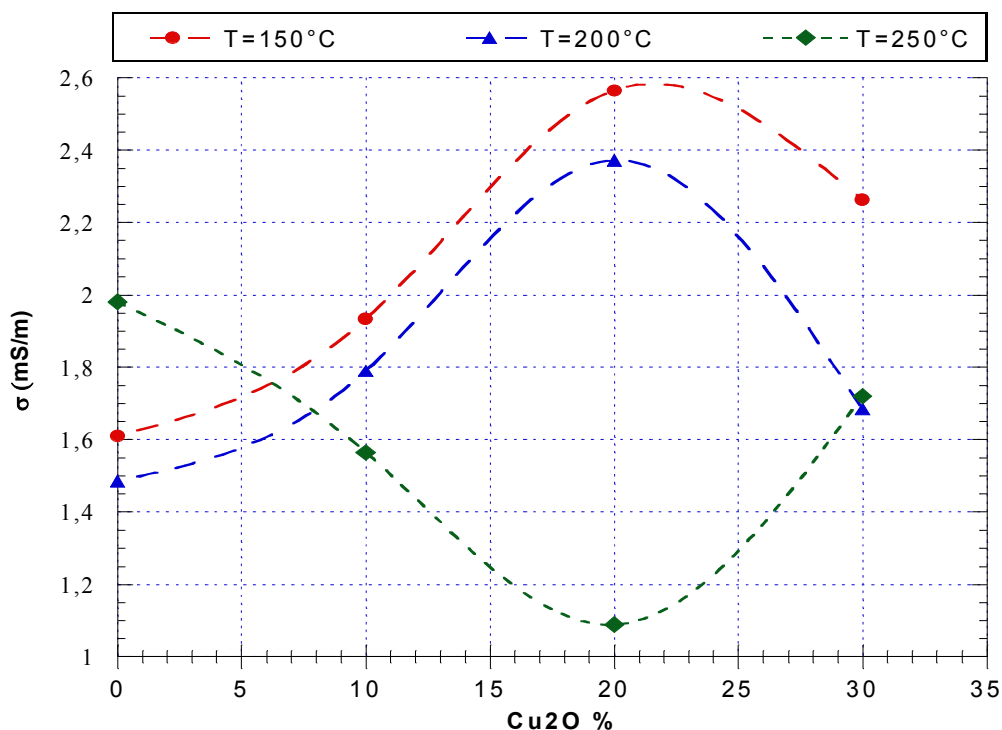


Figure (V. 13). Variation de la conductivité statique en fonction de la fraction volumique du Cu₂O

Par contre dans la figure (V.13), on constate que pour toutes les concentrations de BaTiO₃ sous température de 150°C ; les écarts entre les conductivités statiques sont faibles. A la température 200°C, on remarque que les conductivités statiques se rapprochent et l'écart entre eux est imperceptible. Les composites montrent une différence de conductivité imminente à la température de 250°C. Cette différence est résultat de l'accroissement notable de la concentration du BaTiO₃. Dans ce cas, la différence augmente avec la diminution de la concentration du BaTiO₃ dans le composite ; autrement dit, elle augmente avec l'augmentation de la concentration de l'oxyde de cuivre. On note que les grandes concentrations de l'oxyde de cuivre augmente la conductivité statique du composite pour la température 250°C.

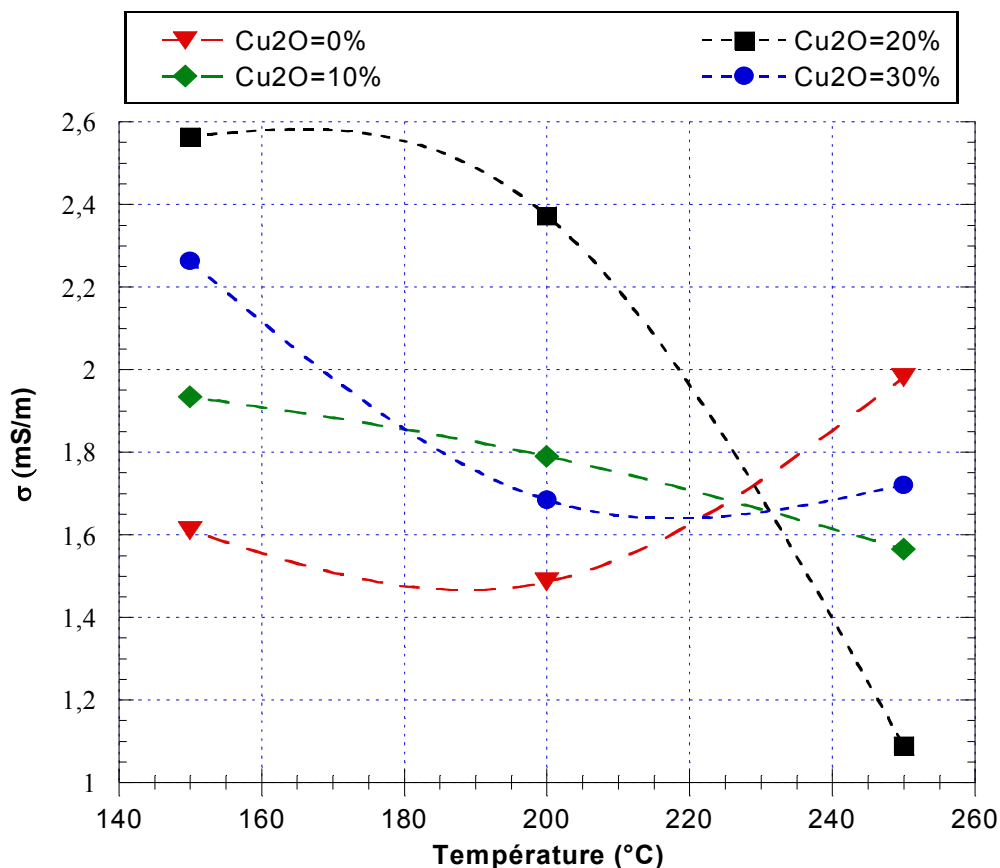


Figure (V. 14). Variation de la conductivité statique en fonction de la température de frittage

3.4. Effet de la température de frittage

Pour voir l'effet de frittage sur les propriétés diélectriques des matériaux composites préparés. Nous avons présenté dans la Figure (V.14) les résultats obtenus de ϵ' en fonction de la température de frittage. La Figure (V.14) présente les écarts de la permittivité pour des pourcentages fixe de BaTiO₃ pour différentes températures de frittages (150°C, 200°C et 250°C), on constate qu'au fur et à mesure que la concentration du BT augmente l'écart entre les

permittivités augmente et aussi avec l'augmentation de la température de frittage. L'augmentation de la fraction volumique du BaTiO₃ de 0% à 30% augmente la permittivité effective du composite à presque 180% pour les composites frittés à 150°C et de 200%, pour les composites frittés à 200°C et de 250% pour les composites frittés à 250°C. L'effet de la température de frittage sur la permittivité effective du composite apparaît clairement dans la permittivité des échantillons à forte concentrations en BaTiO₃. Le frittage augmente la permittivité du composite de la même concentration en BT. L'augmentation de la permittivité pour une concentration de BaTiO₃ de 30% pour les températures de frittage de 150°C à 200°C de 113%, est de 138% pour les températures de frittage 150°C et 250°C. Ceci est considéré comme un effet éminent pour l'amélioration de la permittivité du composite. On remarque que le taux de charge en BaTiO₃ augmente la permittivité du composite sensiblement et l'effet de la température de frittage s'aperçoit pour les grandes concentrations en céramique. La partie réelle de la permittivité présente une pente très raide quand on augmente la concentration du BT de 0 à 30 % à la température de 250°C. On constate aussi qu'elle présente une autre pente moins raide de 250% pour une température de 150°C. La valeur faible de la permittivité diélectrique du composite ternaire est dû à la faible teneur en céramique à haute constante diélectrique dispersées dans la résine. Dans ce cas, la réponse diélectrique résulte principalement de la matrice continue à faible constante diélectrique (RE).

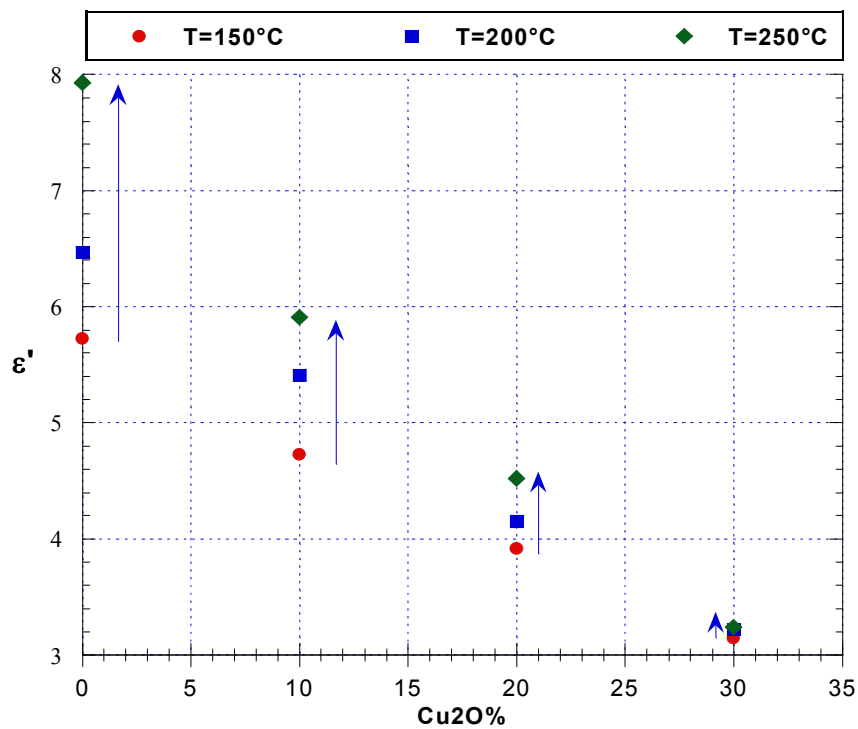


Figure (V. 15). Présentation des déviations de la permittivité pour des concentrations fixe de Cu₂O pour différentes températures de frittage

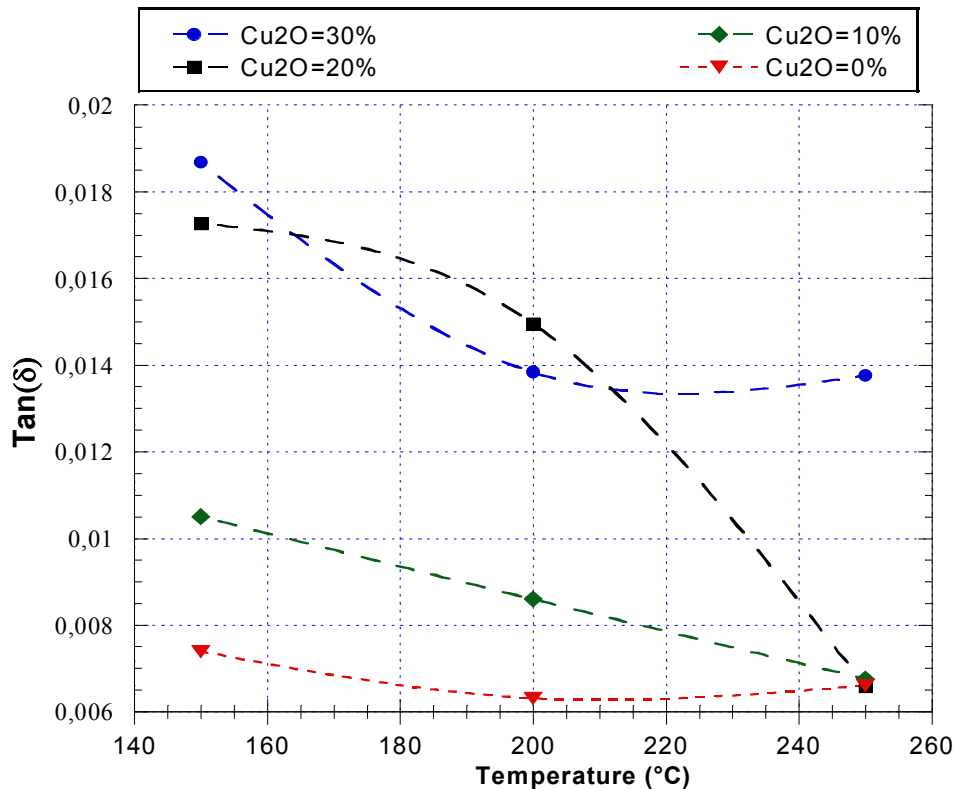


Figure (V. 16). Variation des pertes $\tan(\delta)$ en fonction de la température de frittage

La Figure (V.15) montre que au fur et à mesure qu'on augmente la température de frittage toutes les courbes des différentes concentrations en titanate de Baryum décroissent. On constate que l'angle de perte $\text{tg}(\delta)$ décroît avec l'augmentation de la température de frittage jusqu'à atteindre des valeurs minimales à la température 250°C pour l'ensemble des échantillons. Ceci confirme une fois de plus que le titanate de Baryum contribue à la diminution des pertes au niveau des composites.

4. Conclusion

Un nouveau matériau composite est préparé à base des poudres de titanate et de l'oxyde de cuivre dispersé dans une matrice de résine. Une modélisation a été faite à base des deux modèles paramétriques de Lichtenecker. Nous avons utilisé les régressions non linéaires pour obtenir les paramètres de Lichtenecker et Lichtenecker modifié, ce dernier a montré l'effet des grains de titanate de baryum. La température de frittage et le taux de charge en BT augmentent considérablement la constante diélectrique du composite. Par contre l'effet du Cu_2O apparaît dans la conductivité statique du composite en haute température, l'effet des grains de ce dernier sur la permittivité est imperceptible. La température augmente la permittivité du composite

indépendamment des fractions volumiques des charges. Grâce à la quantification de ce paramètre et l'emploi des régressions non linéaires, on a abouti à une optimisation numérique meilleure par rapport aux approches classiques et une prédiction améliorée du comportement diélectrique des composites ternaires. Le composite préparé est étudié présente une bonne stabilité en fonction de la fréquence ce qui est demandée dans les applications microélectroniques et microondes.



Conclusion générale

Conclusion générale

Les matériaux offrent un large domaine d'investigations et font naître de nouvelles technologies. Plus particulièrement, les matériaux composites permettent de nombreuses applications grâce à leurs propriétés intrinsèques, mécaniques, diélectriques ou encore magnétiques. Les matériaux diélectriques continuent à jouer un très important rôle dans les systèmes de communication à micro-ondes. Les appareils électroniques modernes, avec toutes leurs complexités, dépendent extrêmement de la nature et de la sécurité de fonctionnement des matériaux diélectriques utilisés pour leur construction. Pour aborder la caractérisation des matériaux composite, se basant sur le titanate de baryum et l'oxyde de cuivre sous forme de poudre mélangé avec la résine époxyde et fritté à des différentes températures, il a bien fallu évoquer au début les matériaux diélectriques, nous avons essayé de présenter les notions et formules de base nécessaire à la compréhension de l'origine de la permittivité diélectrique. Nous avons exposé comment un point matériel donné peut être source de polarisation et comment les différentes formes de la matière que ce soit un électron, un ion, une molécule ou un grain contribuent dans la formation de la capacité d'un matériau à emmagasiner l'énergie électrique utilisant la théorie du champ local. La permittivité et la susceptibilité ont été bel et bien décrits. Nous avons particulièrement mis l'accent sur le comportement fréquentiel de polarisation dipolaires et les phénomènes de dispersion diélectriques. Une description sommaire a été introduite quant à la modélisation de permittivité. Nous avons aussi traité le caractère fréquentiel de la permittivité complexe en exposant le modèle de Debye et la relation entre celle-ci et la fréquence d'excitation qui dépend aussi de la nature et l'état même du milieu matériel.

Il était question de donner un aperçu sur les propriétés diélectriques et ferroélectriques de la matière. Une étude cristallographique des matériaux, entrant dans la fabrication de nos matériaux composites, a fait part de notre travail. Nous avons abordé en détails les lois de mélanges les plus utilisées pour la prédiction de la permittivité effective d'un milieu matériel. La connaissance de la permittivité du composite, nous permet de déterminer les permittivités de ses différents constituants en utilisant ces modèles.

Un rappel des notions d'électromagnétisme et aux propagations guidées des ondes électromagnétiques a fait part de notre travail. Les ondes magnétiques ainsi que leurs spectres ont été décrit. Les équations de Maxwell ont été présentées en détail. Afin de pouvoir maîtriser les systèmes de mesure utilisée pour la caractérisation de nos échantillons, un passage sur les

guides d'ondes et les interactions ondes guidée matière est obligatoire. Finalement, le diagramme de dispersion a été mis en évidence.

Nous avons également présenté les différents systèmes de mesure expérimentale utilisée en haute fréquence. On a abordé de façon explicite le banc à fréquence fixe. Il est impératif que cette technique ne permet pas des mesure en basses fréquences, elle est utilisée généralement en micro-ondes c.à.d. dans la bande X. Ce qui nous a poussé à exploiter le banc de réflectométrie dans le domine temporel pour la caractérisation électromagnétique des milieux diélectriques pour voir le comportement ohmique des matériaux. Le choix de la méthode à utiliser s'est fait selon plusieurs considérations. Il s'avère que la méthode de la charge adaptée reste la plus pratique notamment qu'elle permet la détermination directe de la nature du matériau à partir des courbes temporelles expérimentales, et permet aussi de calculer la conductivité électrique du matériau à partir de la valeur asymptotique du coefficient de réflexion. Il est claire que la préparation des échantillons est une phase d'une importance particulière, parce qu'elle mais en cause toutes les résultats de l'étude d'un côté et de l'autre côté le frittage doit être fait soigneusement pour éviter la détérioration de nos échantillons. Ceci peut être fait en choisissant une rampe de montée de la température de frittage adéquate. Nous avons exposé en détails toute la procédure expérimentale que nous avons suivis depuis l'élaboration des échantillons jusqu'à l'obtention des résultats finaux. Afin de mieux comprendre notre travail, nous avons jugé utile de commencer par une théorie nécessaire sur les milieux diélectriques solides et leur interaction avec le champ électrique, en exposant les notions et les formules de base nécessaires à la compréhension de l'origine de la permittivité diélectrique. Nous avons pu montrer comment un point matériel donné peut être source de polarisation et comment les différentes formes de la matière que ce soit un électron, un ion, une molécule ou un grain contribuent dans la formation de la capacité d'un matériau à emmagasiner l'énergie électrique. Nous avons aussi traité le caractère fréquentielle de la permittivité complexe en exposant le modèle de Debye et la relation entre celle-ci et la fréquence d'excitation qui dépend aussi de la nature et l'état même du milieu matériel.

En dernier lieu, un nouveau matériau composite est préparé à base des poudres de titanate et de l'oxyde de cuivre dispersé dans une matrice de résine. Une modélisation a été faite à base des deux modèles paramétriques de Lichtenecker. Nous avons utilisé également les régressions non linéaires pour obtenir les paramètres de Lichtenecker et Lichtenecker modifié, ce dernier a montré l'effet des grains de titanate de baryum. La température de frittage et le taux de charge en BT augmentent considérablement la constante diélectrique du composite. Par contre l'effet

du Cu_2O apparaît dans la conductivité statique du composite en haute température, l'effet des grains de ce dernier sur la permittivité est imperceptible. La température augmente la permittivité du composite indépendamment des fractions volumiques des charges. Grâce à la quantification de ce paramètre et l'emploi des régressions non linéaires, on a abouti à une optimisation numérique meilleure par rapport aux approches classiques et une prédiction améliorée du comportement diélectrique des composites ternaires. Les composites préparés et étudiés présentent une bonne stabilité en fonction de la fréquence ce qui est demandé dans les applications microélectroniques et microondes.

En résumé, comme première contribution, nous avons met en évidence l'effet de la température de frittage sur la permittivité des composites préparés ; par une augmentation sensiblement constatée. Comme deuxième contribution, l'effet de l'oxyde de cuivre (Cu_2O) agit sur la conductivité du composite surtout en basses température de frittage. Comme troisième contribution, nous avons introduit le paramètre température de frittage dans le modèle du Lichtenecker modifié via le facteur de forme.

Comme perspectives nous proposons la prolongation de cette étude à d'autres matériaux avec une granulométrie différentes, et une plage de température élargie pour confirmer l'application du nouveau modèle à d'autres matériaux.



Références bibliographiques

Références bibliographiques

1. N.Bouzit. Caractérisation Diélectrique de Matériaux Hétérogènes par Spectroscopie Temporelle: Application à l'Etude de Composites Polyesters Chargés par des Titanates. *Thèse de Doctorat*. UFAS : s.n., 2002.
2. B. K. Diefenderfer. Development and Testing of a Capacitor Probe to Detect Deterioration in Portland Cement Concrete. *Thesis of Master*. 1998.
3. D. Hamzaoui. Etude par spectroscopie en domaine fréquentielle de l'évolution de la permittivité complexe en fonction de la charge et la fréquence. Application au polyester chargé par les céramiques: BaTiO₃ et SrTiO₃. *Mémoire de magister, Sétif*. 1998.
4. K. Fenske, D. Misra. Dielectric Materials at Microwave Frequencies. *Applied Microwave & Wireless*. 2000. pp. 92-100.
5. W. Ching-ping, R. Yang. High dielectric constant of nano-structure polymer-ceramic composite. *Georgia Tech Research Corp*. 2003.
6. A. Benhamouda. Caractérisation électromagnétique de composites par spectroscopie temporelle. *Mémoire de magistère UFAS*. 2004.
7. A. Mejdoubi. Étude par simulation numérique des propriétés diélectriques d'hétérostructures multiphasiques contenant des inclusions de forme arbitraire. *thèse de doctorat*. 2007.
8. A. Mdarhri. Propriétés électromagnétiques de matériaux hétérogènes: Approche expérimentale et modélisation. *thèse de doctorat*. 2007.
9. D.A. Payne, L.E. Cross. Microstructure—Properties for Dielectric Ceramics: I. Mixing of Isotropic Homogeneous Linear Dielectrics. *Ceramic Microstructure '76, Westview Press, Boulder, CO, pp. 584–595*. 1977.
10. S. Liang, S. Chong, E. Giannelis. Barium titanate/epoxy composite dielectric materials. *Proceedings of the 48th ECTC, pp. 171–175*. 1998.
11. W.A. Yarbrough, T.R. Gururaja, L.E. Cross. Materials for IC packaging with very low permittivity via colloidal sol–gel processing. *Am. Ceram. Soc. Bull.* 66 (4) , 692–698. 1987.
12. M. Robinovitch. Contribution à l'étude de la permittivité des poudres diélectriques et des mélanges de poudres à 10 GHz. *Thèse de doctorat, Bordeaux*. 1964.
13. J-M, Berthlot. Matériaux Composites: Comportement Mécanique & Analyse des Structures. *TEC&DOC 3^{ème} Edition*. 1999.
14. A. Priou. Matériaux en électromagnétisme: Caractérisation des matériaux composites. *Techniques de l'Ingénieur AF3373*. 1999.
15. S.Orlowska. Conception et prédiction des caractéristiques diélectriques des matériaux composites a deux et trois phases par la modélisation et la validation expérimentale. *Thèse de Doctorat, Lyon*. 2003.
16. C.K., Wong, Y.W., Wong et F.G., Shin. Effect of Interfacial Charge on Polarization Switching of Lead Zirconate Titanate Particles in Lead Zirconate Titanate/Polyurethane Composites. *Journal of Applied Physics*. October 2002. Vol. 92, 7.
17. D-H. Yoon, J. Zhang, B. I. Lee. Dielectric constant and mixing model of BaTiO₃ composite thick films. *Materials Research Bulletin* 38, 765–772. 2003.

18. M. Garcia Gracia. Caracterizacion Electromagnetica De Dielectricos En El Domino Del Tiempo. *Memoria de Doctor en Ciencias, ZARAGOZA*. 1995.
19. H. Savakus, K. Klicker, R. Newnham. PZT-epoxy piezoelectric transducers: a simplified fabrication procedure. *Mater. Res. Bull.* 16, 677–680. 1981.
20. V.F. Janas, A. Safari. Overview of fine-scale piezoelectric ceramic/polymer composite processing. *J. Am. Ceram. Soc.* 1978.
21. R.W. Schwartz, P.G. Glem, J.A. Voigt, E.R. Byhoff, M. Van Stry, T.J. Headly, N.A. Missert. Control of microstructure and orientation in solution—deposited BaTiO₃ and SrTiO₃ thin films. , *J. Am. Ceram. Soc.* 82 (9) 2359–2367. 1999.
22. J. Zhang, B.I. Lee. Preparation, structure evolution and dielectric properties of BaTiO₃ thin films and powders by an aqueous sol–gel process. *Thin Solid Films* 388 , 107–113. 2001.
23. J. Zhang. Preparation and characterization of BaTiO₃ dielectric thin/thick films for MLCC applications. *Ph.D. dissertation, Clemson University*, . 2000.
24. A. Balana. Etude du comportement électromagnétique des milieux hétérogènes en ondes centimétriques, modélisation. *Thèse de Doctorat, Université de Bordeaux I*. 1990.
25. V. Pouilles. Caractérisation diélectrique de matériaux composites isolants: contribution à la modélisation de leur vieillissement. *thèse de doctorat, université Paul SABATIER*. 1995.
26. Enis Tuncer, Bo Nettelblad et Stanistaw M., Gubański. Non-Debye Dielectric Relaxation in Binary Dielectric Mixtures (50-50): Randomness and Regularity in Mixture Topology. *Journal of Applied Physics*. October 2002. Vol. 92, 8.
27. A. Martinez et A. P. Byrnes. Modeling Dielectric Constant Values of Geologic Materials: An Aid to Ground-Penetrating Radar Data Collection and Interpretation. *Current Research in Earth Sciences, Bulletin 247, Part I*. 2001.
28. L. Jylhä. Modeling of electrical properties of composites. *Thesis for the degree of Doctor of Science in Technology*. 2008.
29. K. Lichtenecker, K. Rother. *Physik. Zeitschr.*, 32,255. 1931.
30. Tarik, Zakri. Contribution A L'etude Des Proprietes Dielectriques De Materiaux Poreux En Vue De L'estimation De Leur Teneur En Eau : Modeles De Melange Et Resultats Experimentaux. *These De Doctorat, Institut National Polytechnique De Grenoble*. France : s.n., 1997.
31. A. Lonjon. Nanocomposite conducteur polymère/nanofils métalliques : Elaboration et analyse des propriétés physiques. *Thèse Doctorat juin 2010*
32. A. Celzard. Contribution à l'étude du phénomène de percolation dans des matériaux composites à propriétés anisotropes. *Thèse doctorat juin 1995*
33. J. Aubic, A. M. Bottreau. Utilisation de la TDR pour l'Etude des Transferts d'Humidité en Milieux Poreux Perméable. *Journal of Hydrology*, 57. 1982. pp. 337-357.
34. A. Benhamouda, J.M. Fornies-Marquina, N. Bouzit, N. Bourouba. Dielectric behavior of ternary composites of epoxy/BaTiO₃/(CuO or MgO). *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* 46, 20404. 2009.
35. H. Bakhti, N. Bouzit, J.M. Fornies-Marquina, N. Bourouba, A. Benhamouda. Analyse expérimentale basse fréquence de la variation de la constante diélectrique d'un

- composite bi-titanates en fonctions des concentrations. . *Proceeding JIPMA'07 – Annaba*. 2007.
36. H. Bakhti, N.Bouzit, J.M. Fornies-Marquina, N.Bourouba, A.Benhamouda. Mesures de la permittivité diélectrique d'un mélange de (CuO – BaTiO₃ – Résine Epoxyde) dans la bande de fréquence de 0 à 5 GHz. *Proceeding JIPMA'07 – Annaba*. 2007.
 37. N. Bouzit, J.M. Fornies-Marquina, A. Benhamouda, N. Bourouba. Modelling and dielectric behavior of ternary composites of epoxy (BaTiO₃/CaTiO₃). *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* 38, 147-152. 2007.
 38. N. Bouzit, J.M. Fornies-Marquina, A. Benhamouda, N. Bourouba. Comportement diélectrique d'un mélange Epoxyde - BaTiO₃ – CaTiO₃, . *Proceeding ICM'06, Sétif*. 2006.
 39. H.Bakhti, N.Bouzit,N.Bourouba,and JP Martinez Jiménez.Dielectric behavior of a sintered heterogeneous ternary composite resin/BT/Cu₂O.*Eur.Phys.J.Appl.Phys.*80,20202.
 40. H. Bakhti, N. Bouzit . Experimental study of dielectric and functional properties of polymer matrix/Cu₂O/BaTiO₃ heterogeneous composites in broad band frequency. 14th International Multidisciplinary Scientific GeoConference SGEM 2014, www.sgem.org, SGEM2014 Conference Proceedings, ISBN 978-619-7105-21-6 / ISSN 1314-2704, June 19-25, 2014, Book 6, Vol. 2, 169-176 pp
 41. F. Sischka. Characterization Handbook. TDR. 2002.
 42. S. Ramo, J. R. Whinnery, T. Van Duzer. Fields & Waves In Communication Electronics. *Second Edition John Wiley & Sons*. 1984.
 43. J. J. Makosz, P. Urbanowicz. Relaxation and resonance absorption in dielectrics. *Zeitschrift fur Naturforschung.* 57 a, 119-125. 2002.
 44. Appendix B & C. Debye Equation & Review of Dielectric Mixture Rules.
 45. T. Samiha, Bishay. Numerical Methods for Calculation of Cole-Cole Parameters. *Egypt J. Sol., Vol. 23, N°2*. 2000.
 46. Zhi Yu et Chen Ang. Maxwell-Wagner Polarization in Ceramic Composites BaTiO₃-(Ni_{0.3} Zn_{0.7})Fe_{2.1}O₄. *Journal of Applied Physics*. January 2002. Vol. 91, 2.
 47. P. Debye. Polar Molecules. *Chemical Catalog Co., New York*. 1929.
 48. K.S. Cole, R.H. Cole. *J. Chem. Phys.* 9, 341. 1941.
 49. R.H. Cole, D.W. Davidson. *I. Chem. Phys.* 20, 1389. 1952.
 50. Minoru Taya. Electronic Composites Modelling, Characterization, Processing, and MEMS Applications. Cambridge University Press, 2005.
 51. N. Bourouba, K. Lalla, J.P. Martínez Jiménez, N. Bouzit, *Eur.Phys. J. Appl. Phys.*65, 10202 (2014).
 52. Habib Khouni, Nacerdine Bouzit, Juan Pablo Martínez Jiménez, et al. *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* 76, 20201(2016).
 53. P A Korzhavyi, B Johansson. Literature review on the properties of cuprous oxide Cu₂O and the process of copper oxidation. Department of Materials Science and Engineering Royal Institute of Technology. Technical Report TR-11-08 October 2011

54. Noguét. Propriétés diélectriques de l'oxyde cuivreux aux audio fréquences entre 150 K et 320 K. *Journal de Physique*, 1970, 31 (4), pp.393-399.
55. A. Bejaoui. Capteur à base des couches minces d'oxyde de cuivre (II) : Optimisation et modélisation en vue de la détection de gaz. Thèse de doctorat 2013 Université Aix Marseille.
56. Adous M. Caractérisation Electromagnétique Des Matériaux Traités De Génie Civil Dans La Bande De Fréquences 50 MHz – 13 GHz. *thèse de doctorat (Nantes)*. 2006.
57. L. Rayleigh. On the influence of obstacles arranged in rectangular order upon properties of the medium. *Philosophical Magazine*, 34:481–502. 1892.
58. Bottcher. *Rec. Trans. Chim.*, 47, 64. 1945.
59. O. Wiener. *Berichteüber Verhandlungen Königlich-Sächsischen Gesellschaft Wissenschaften Leipzig*, pp. 256–277. 1910.
60. J. R. Birchak, L. G. Gardner, J.W. Hipp, and J. M. Victor. High dielectric constant microwave probes for sensing soil moisture. *Proc. IEEE*, vol. 62, pp. 93–98. 1974.
61. A. G. Bruggeman. *Ann. Phys.*, pp. 636–664. 1935.
62. T. Hanai. *Bull. Inst. Chem. Res. Tokyo*, 39, 341. 1961.
63. J.C. Maxwell-Garnett. *Philos. Trans. R. Soc. London Ser. A*, 203, 385,. 1904.
64. J. P. Faroux, J. Renault. Electromagnétisme 2: équations de maxwell et phénomènes d'induction. *Edition DUNOD*. 1998.
65. S. W. Smith. *The Scientist & Engineer's Guide to Digital Signal Processing*. 2001.
66. Mattei, A. De Santis, A. Di Matteo, E. Pettinelli, G. Vannaron. Electromagnetic parameters of dielectr and magnetic mixtures evaluated by TDR. *IEEE Geoscience and remote sensing letters*, Vol. 5, N°. 4. 2008.
67. A. Bennis, S. M. Riad. An optimization technique for iterative frequency domain deconvolution. *IEEE transactions on instrumentation and measurement*, Vol. 39. N° 2. 1990.
68. G.Moradi, A. Abdipour. Measuring the Permittivity of Dielectric Materials Using STDR Approach. *Progress In Electromagnetics Research, PIER* 77,. 2007. pp. 357–365.
69. M. Shaarawi, S. M. Riad. Computing the complete fast fourier transform of a step-like waveform. *IEEE Transactions on instrumentation & measurement*, Vol. IM-35, N° 1. March 1986.
70. A. Samulon. *Proc. IRE*, 39, 175. 1951.
71. Parruck, S. M. Riad. TDR, Step response ans 'S' parameters measurements in the time domain. *Picosecond pulse labs AN-3044, Revision 1*, 5/89. 1989.
72. N.E. Hager. Broadband Time-Domain-Reflectometry Dielectric Spectroscopy Using Variable-Time-Scale Sampling. *Dielectric Spectroscopy, Rev. Sci. Instrum.* Vol. 65, N° 4. April 1994.
73. S. Ahire, A. Chaudhari, M. Lokhande, S. C. Mehrotra. Complex Permittivity Spectra of Binary Pyridine-Amide Mixtures Using Time Domain Reflectometry. *Journal of Solution Chemistry*, Vol. 27, N° 11. 1998.

74. J. R. Andrews. TDR, Step Response & 'S' Parameters Measurements in the Time Domain. *Picosecond Pulse Labs AN-3044, Revision 1, 5/89*. 1989.
75. Time Domain Reflectometry Theory. *Agilent Application Note 1304-2*. 2002.
76. S. R. Evett. Soil Water Measurement by Time Domain Reflectometry. *Encyclopedia of Water Science, Marcel Dekker, Inc. New York*. 2003. pp. 894-898.
77. G. Vicq et J.M., Fornies-Marquina. Comportement Dielectriques Micro-Ondes De Melanges De Deux Liquides Polaires: Eau & Ethylene – Glycol Entre 0° Et 60°C. 2002.
78. W. L. Gans. *école d'été du Trégor, Lanion*. 1978.
79. M. Nicolson. *Electorn. Lett.*, 9, 317. 1973.
80. P. Gasner. Measurement of Complex Permittivity by Time Domain Reflectometry Comparison with Frequency Domain Reflectometry. *Thèse doctorat 1995*.

ملخص

في هذه الأطروحة، نحن مهتمون بدراسة ونموذج السلوك العازل لمركب ثلاثي تم تحضيره عند درجة حرارة الغرفة مع خليط مصنوع من راتنجات الايبوكسي، تيتانات الباريوم وأكسيد النحاس، مصهور في ثلاث درجات حرارة مختلفة (150 درجة مئوية، 200 درجة مئوية و 250 درجة مئوية). تم استخدام مقياس الذبذبات المنعكسة في مجال الزمن (TDR) لتوصيف العينات في النطاق [من الذبذبات المنخفضة الى 2 جيجا هرتز] من خلال إجراء دراسة التردد المنخفض الخاصة عند 500 ميغاهيرتز. ركزت هذه الدراسة على آثار التليد وإضافة تيتانات الباريوم على الخصائص لعازلة. تم قياس التأثيرات وفقا لحجم جزء من تيتانات الباريوم وأكسيد النحاس وفقا لطريقة الأمثل على أساس الانحدارات غير الخطية عند حساب السماحية العازلة للمركب من أجل تقليل الأخطاء المنهجية الممكنة ولبيان تأثير كل من هذين المكونين بطريقة كمية. وبالإضافة إلى ذلك، يتم تسليط الضوء على تأثير درجة حرارة التليد على الخلائط الثلاثية من خلال نموذج ليشنتيكر المعدل. ومع ذلك، فإن الأهمية المنبثقة عن هذا القانون تخصص من ناحية للتحقق من صحة النتائج التجريبية والنتائج النظرية، ومن ناحية أخرى إلى التحقيق في تأثير درجة الحرارة على عامل الشكل لنموذج ليشنتيكر المعدل.

الكلمات الرئيسية: المركبات، العوازل، تليد، تيتانات الباريوم، أكسيد النحاس، ليشنتيكر.

Résumé

Dans cette Thèse, on s'intéresse à l'étude et la modélisation du comportement diélectrique d'un composite ternaire préparé à température ambiante avec un mélange fait de résine époxy (RE), du titanate de baryum $BaTiO_3$ et d'oxyde de cuivre (Cu_2O), fritté à trois différentes températures (150°C, 200°C et 250°C). On a utilisé la réflectométrie dans le domaine temporel (TDR) pour caractériser les échantillons dans la plage [DC à 2 GHz] en faisant une étude particulière en basse fréquence à 500 MHz. Celle-ci a été axée sur les effets de frittage et l'ajout du titanate de baryum sur les propriétés diélectriques. Les effets ont été quantifiés en fonction de la fraction volumique du $BaTiO_3$ et du Cu_2O selon une méthode d'optimisation basée sur les régressions non linéaires lors du calcul de la permittivité diélectrique du composite afin de minimiser les erreurs systématiques possibles et de montrer l'effet de ces deux constituants d'une manière quantitative. De plus une explication sur l'effet de la température de frittage sur les mélanges ternaires est mise en relief à travers le modèle de Lichtenecker modifié. Toutefois, l'importance émanant de cette loi est allouée d'une part à la validation et la concordance des résultats expérimentaux avec ceux de la théorie et d'autre part à l'investigation de l'effet de la température sur le facteur de forme donné par le modèle de Lichtenecker modifiée.

Mots clés : Composites ; $BaTiO_3$; Cu_2O ; Diélectrique ; Frittage ; Lichtenecker.

Abstract.

This thesis, we investigate and model the dielectric behavior of a ternary composite prepared at room temperature with a mixture of epoxy resin (RE), barium titanate (BT) and copper oxide (Cu_2O), sintered at three different temperatures (150°C, 200°C, and 250°C). Time domain spectroscopy (TDS) is used to characterize samples in the range [DC to 2GHz] by performing a particular study at low frequency (500MHz). The latter focused on both the sintering and the Cu_2O addition effects on a ternary composite dielectric behavior. These effects were quantified as a function of the BT volume fraction. For this purpose, we used an optimization method based on nonlinear regressions to determine the permittivity, to minimize systematic errors of this dielectric parameter, and to show the effect of Cu_2O on it. Moreover, we attempt to explain the sintering temperature effect on this kind of mixtures through the modified Lichtenecker model. In fact, the importance of this law is allocated on one hand to the validation and concordance of the experimental results with those of the theory and on the other hand to the temperature effect investigation on the form factor given by the modified Lichtenecker law.

Keywords: composite; dielectric; sintering; BT; Cu_2O ; Lichtenecker.