Méthode de mesure de permittivités jusqu'à 1 200 °C par réflecto-polarimétrie à 35 GHz. Application à l'étude des réfractaires

A. Charru, A. Bretenoux, A. Sarremejean, G. Urbain

► To cite this version:

A. Charru, A. Bretenoux, A. Sarremejean, G. Urbain. Méthode de mesure de permittivités jusqu'à 1 200 °C par réflecto-polarimétrie à 35 GHz. Application à l'étude des réfractaires. *Revue de Physique Appliquée*, 1969, 4 (1), pp.37-41. 10.1051/rphysap:019690040103700 . jpa-00242887

HAL Id: jpa-00242887

<https://hal.science/jpa-00242887>

Submitted on 1 Jan 1969

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

MÉTHODE DE MESURE DE PERMITTIVITÉS JUSQU'À 1 200 °C PAR RÉFLECTO-POLARIMÉTRIE À 35 GHz APPLICATION À L'ÉTUDE DES RÉFRACTAIRES

Par A. CHARRU, A. BRETENOUX, A. SARREMEJEAN,
Laboratoire d'Optique Ultra-Hertzienne ⁽¹⁾, Faculté des Sciences de Bordeaux,
et G. URBAIN,
I.R.S.I.D., Saint-Germain-en-Laye.

(Reçu le 18 novembre 1968.)

Résumé. — On décrit un dispositif hertzien permettant de mesurer des permittivités à 35 GHz par la méthode de l'incidence principale. L'échantillon reste hors du guide d'onde ; il est dans un four et peut être porté à 1 200 °C. On donne les résultats de mesure de permittivités de quelques matériaux réfractaires.

Abstract. — We describe a radiofrequency device which allows one to measure dielectric constants at 35 GHz by the method of the main incidence. The sample remains outside the wave guide. It is in a resistance furnace and may be raised to a temperature of 1 200 °C. Measurements of dielectric constant are given for some refractory materials.

I. Introduction. — Les méthodes habituelles de mesure de permittivités dans le domaine des ondes centimétriques et millimétriques sont basées sur l'étude de la propagation d'une onde dans un guide d'onde contenant l'échantillon dont on veut mesurer la constante diélectrique [1]. Ces méthodes ne permettent pas de porter l'échantillon à une température élevée. Désirant étudier des corps jusqu'à 1 200 °C, nous avons été amenés à utiliser une méthode réflecto-polarimétrique qui permette de maintenir l'échantillon hors du guide et de le porter ainsi à la température désirée sans perturber le dispositif hertzien [2].

Nous rappellerons la méthode de l'incidence principale mise en œuvre en optique pour la mesure de l'indice de réfraction et de l'indice d'extinction des métaux et nous montrerons qu'il est possible de calculer très simplement ϵ' et ϵ'' à partir de l'analyse de la vibration réfléchie par l'échantillon.

Nous décrirons ensuite le dispositif expérimental : un soin tout particulier a été apporté à l'obtention d'un faisceau hertzien aussi étroit que possible et à la réalisation d'un analyseur interférométrique de la vibration réfléchie.

Nous donnerons enfin les résultats de quelques mesures sur les composés réfractaires.

II. Mesure de ϵ' et ϵ'' par la méthode de l'incidence principale. — C'est la méthode classique de mesure d'un indice de réfraction complexe $n = \nu - j\kappa$ (qui a permis en particulier l'étude de la réflexion métallique) qui a été appliquée ici. L'indice complexe est lié à la permittivité complexe par $(\nu - j\kappa)^2 = \epsilon' - j\epsilon''$. Les calculs sont conduits de la même façon qu'en optique mais en explicitant ϵ' et ϵ'' au lieu de ν et κ .

L'angle d'incidence i_1 et l'angle de réfraction i_2 sont liés par la relation :

$$\sin^2 i_1 = (\epsilon' - j\epsilon'') \sin^2 i_2.$$

Suivant la méthode exposée dans Bruhat-Kastler [3], on pose :

$$(p - jq)^2 = (\epsilon' - j\epsilon'') \cos^2 i_2$$

on obtient :

$$p^2 - q^2 = \epsilon' - \sin^2 i_1$$

$$2pq = \epsilon''.$$

Les coefficients de réflexion des vibrations parallèles et perpendiculaires au plan d'incidence — soient $r_{||}$ et $r_{\perp}$ — s'expriment en fonction de i_1 et i_2 [4] et sont complexes.

Si on envoie simultanément une vibration parallèle et une vibration perpendiculaire, en phase et d'égale

⁽¹⁾ Equipe de recherche associée au Centre National de la Recherche Scientifique.

amplitude, la vibration réfléchiée est elliptique puisque le rapport $a = r_{//}/r_{\perp}$ est complexe.

Posons : $a = \mathcal{A} \exp(j\Psi)$

$$p - jq = \operatorname{tg} i_1 \sin i_1 \frac{1 + a}{1 - a}.$$

La mesure de a , pour un angle i_1 donné, permet de calculer p et q , donc ε' et ε'' . Dans le cas de l'incidence principale i_p , $\Psi = -\pi/2$, les axes de la vibration elliptique sont l'un dans le plan d'incidence et l'autre perpendiculaire à ce plan et les calculs sont simplifiés. L'ellipticité de la vibration est $\operatorname{tg} \beta = \mathcal{A}$. On obtient :

$$\begin{aligned} p &= \operatorname{tg} i_p \sin i_p \cos 2\beta \\ q &= \operatorname{tg} i_p \sin i_p \sin 2\beta \end{aligned}$$

d'où l'on déduit :

$$\begin{aligned} \varepsilon' &= (1 + \cos 4\beta \operatorname{tg}^2 i_p) \sin^2 i_p \\ \varepsilon'' &= \sin^2 i_p \operatorname{tg}^2 i_p \sin 4\beta. \end{aligned}$$

Pratiquement, on envoie sur l'échantillon une onde incidente polarisée rectilignement dont le plan de vibration fait un angle de 45° avec le plan vertical d'incidence. Le champ électrique incident est décomposable en deux vibrations $E_{//}$ et $E_{\perp}$ d'amplitudes égales et en phase.

La mesure expérimentale de i_p et de l'ellipticité $\mathcal{A}$ permet donc de calculer très simplement et sans aucune approximation ε' et ε'' à partir des formules ci-dessus.

III. Réfecto-polarimètre à 35 GHz. — L'échantillon est situé dans un plan horizontal et l'on peut ainsi étudier des corps à l'état liquide. Les deux alidades portant les composants hertziens se déplacent dans un plan vertical et sont entraînées (soit indépendamment l'une de l'autre, soit simultanément) par

un moteur avec démultiplication convenable; la vitesse lors d'un enregistrement est de 1° d'angle en 8 s.

Le schéma du dispositif hertzien est représenté figure 1. Le klystron réflex type 55335 est stabilisé en fréquence en utilisant comme référence une cavité LTT 6T 31. L'onde est modulée à l'aide d'un modulateur à ferrite à 1 kHz; le signal reçu au niveau du récepteur est amplifié et il peut être appliqué, après détection synchrone, à un enregistreur.

ÉTUDE DE L'OPTIQUE DU FAISCEAU. — Les aériens utilisés, tant à l'émission qu'à la réception, sont des cornets tronconiques munis d'une lentille de phase. Le lobe principal a une largeur de 9° à mi-puissance dans le plan E; les lobes secondaires sont à 20 dB au-dessous du lobe principal. Cependant, aux fortes incidences, en raison de la largeur du faisceau, certains rayons sont reçus directement par l'aérien récepteur et interfèrent avec ceux qui ont été réfléchis par l'échantillon, perturbant notablement les mesures.

De toute façon, il est souhaitable d'avoir un faisceau étroit et bien délimité; aussi avons-nous ajouté un système focalisant constitué de deux lentilles plan convexe en altuglas dont les méridiennes sont des hyperboles, de distances focales 20 et 25 cm; l'épaisseur au centre de chacune d'elles doit avoir une valeur convenable pour que le T.O.S.T. soit minimum compte tenu des réflexions internes. Le diamètre des lentilles est de 20 cm; elles sont situées à 18,5 cm l'une de l'autre.

La présence d'une caustique longue et étroite donne un faisceau quasi parallèle sur une longueur de l'ordre de 15 cm.

Au niveau de l'échantillon, à 40 cm au-delà de la lentille, le faisceau a une largeur de 2,7 cm à 3 dB

FIG. 1. — Schéma du dispositif hertzien : I, Alimentation klystron ; II, Stabilisation de fréquence ; III, Oscillateur 1 kHz ; 1, Klystron 35 GHz ; 2, Isolateur à ferrite ; 3, Coupleur directif à 10 dB ; 4, Modulateur ; 5, Ondemètre ; 6, Transition rectang. circulaire ; 7, Cornet tronconique + lentille de phase ; 8, Système focalisant ; 9, Atténuateur variable ; 10, Cavité de référence ; 11, Terminaison cristal ; 12, Duplexeur de polarisation ; 13, Torsade ; 14, Atténuateur variable calibré ; 15, Déphaseur étaloné ; 16, Mélangeur ; 17, Terminaison adaptée ; IV, Tosmètre ; V, Enregistreur.

FIG. 2. — Étude du faisceau au niveau de l'échantillon :

- a) Courbes d'égale énergie dans le plan H axial.
- b) Répartition d'énergie W suivant AB.
- c) Écart relatif de phase $\Delta\phi$ suivant AB (x : distance à l'axe du faisceau).

et 6,5 cm à 20 dB. La figure 2 donne la structure de l'onde, en énergie et en phase, dans un plan frontal au niveau de l'échantillon.

Les lobes secondaires très atténués et très fortement détachés du lobe principal tombent en dehors de l'échantillon et n'entraînent aucune perturbation.

RÉCEPTEUR : ANALYSEUR INTERFÉROMÉTRIQUE. — L'onde qui a été réfléchiée par l'échantillon, en général polarisée elliptiquement, est reçue par un cornet suivi immédiatement d'un « duplexeur de polarisation » (CSF type DU 1). Le duplexeur est un composant hyperfréquence qui sépare dans deux voies distinctes les composantes rectilignes, suivant deux directions orthogonales, de la vibration à analyser. Il se compose d'abord d'un guide d'onde circulaire dans lequel se propage une polarisation quelconque et d'un obstacle diffractant du type « turnstile » autour duquel sont

branchées deux sorties sur guide prélevant chacune l'une des deux polarisations.

Ainsi l'on sépare les deux composantes de la vibration elliptique : l'une des sorties transporte la composante parallèle au plan d'incidence et l'autre sortie la composante perpendiculaire. De plus, la différence de phase entre les deux composantes n'est pas altérée dans le duplexeur. L'analyse de la vibration elliptique est ramenée à la comparaison des amplitudes et des phases de ces deux composantes. Pour cela, nous avons réalisé un interféromètre à sonde fixe. Les deux composantes sont amenées à être parallèles entre elles par une torsade à 90° d'un des guides; la plus intense est atténuée, l'autre déphasée, et on additionne enfin ces deux vibrations dans un mélangeur symétrique (jonction hybride à courte fente). L'énergie reçue après détection doit être nulle pour une valeur convenable de l'atténuation et du déphasage, ces deux valeurs permettant de remonter aux paramètres de l'ellipse.

La figure 3 montre schématiquement l'évolution de la structure de l'onde dans son cheminement.

FIG. 3. — Cheminement de la vibration elliptique : 1, Duplexeur ; 2, Torsade ; 3, Atténuateur calibré ; 4, Déphaseur étalonné ; 5, Mélangeur ; 6, Détecteur.

CONDUITE D'UNE EXPÉRIENCE. — Il s'agit de déterminer l'incidence principale et l'ellipticité de la vibration réfléchiée lors de cette incidence. Or, au moment de l'incidence principale, les axes de symétrie de l'ellipse sont l'un dans le plan d'incidence et l'autre perpendiculaire à ce plan, c'est-à-dire que les deux composantes suivant ces directions sont en quadrature de phase. Par un réglage préalable du déphaseur, on réalise, avant la mesure, la condition de phase; on fait ensuite tourner les deux alidades simultanément de sorte que les axes optiques de l'émetteur et du récepteur fassent constamment des angles égaux avec la verticale. On suit le niveau de l'énergie reçue qui passe par un minimum pour $i_1 = i_p$. On règle alors l'atténuateur pour que ce niveau soit nul ou aussi faible que possible (pratiquement ce minimum est de l'ordre du bruit de fond du récepteur). Notons enfin que l'enregistrement avec asservissement du déroulement du papier à la vitesse de rotation des alidades facilite les mesures. On détermine i_p et ΔA (atténuation lue directement en dB sur l'atténuateur) qui est liée à l'ellipticité $\mathcal{A} = \tan \beta$ par $\Delta A = 20 \log (1/\mathcal{A})$.

ÉTENDUE DU DOMAINE DES MESURES POSSIBLES. — La valeur maximale de i_p que l'on peut mesurer est de 82° environ, la valeur maximale de ϵ' qui lui correspond est de l'ordre de 30 (elle dépend évidemment de ϵ'').

Par ailleurs, plus important est ϵ'' , plus est précise la mesure puisque l'atténuation ΔA est d'autant plus facile à mesurer qu'elle est plus faible. Par contre, les valeurs de ϵ'' très faibles (ΔA grand) correspondant à un angle de perte inférieur à $0,01$ sont assez imprécises.

FIG. 4. — Permittivité de l'eau en fonction de la fréquence à 20°C .

FIG. 5. — Permittivité de l'eau en fonction de la température pour trois fréquences différentes.

MESURES DE RECOUPEMENT. — Afin d'éprouver l'appareil, nous avons simplement étudié l'eau pure à 20°C . La mesure donne :

$$\epsilon' = 19 \pm 1; \quad \epsilon'' = 32 \pm 2.$$

Ces valeurs sont en bon accord avec celles obtenues à 20°C par d'autres auteurs à d'autres fréquences [5], comme le montre la figure 4.

La figure 5 montre les variations de ϵ' et ϵ'' , avec la température, que nous avons obtenues expérimentalement. Nos résultats sont homogènes avec ceux publiés par Harvey [6] à 24,1 et 48,4 GHz. En particulier, le maximum de la courbe représentant les variations de ϵ'' est atteint à la température pour laquelle la courbe représentant les variations de ϵ' présente un point d'inflexion. Cela est en accord avec la théorie de Debye [7].

RECHERCHE D'UN ABAQUE ϵ' , ϵ'' , i_p . — L'incidence principale étant celle pour laquelle le facteur de réflexion (en énergie) R_{II} est minimum, il est possible de trouver une relation entre i_p , ϵ' et ϵ'' en annulant la dérivée de R_{II} par rapport à i_1 . En donnant successivement à ϵ'' différentes valeurs, on obtient chaque fois une courbe i_p en fonction de ϵ' . Les calculs numériques ont été effectués sur ordinateur. L'abaque correspondant à $\epsilon'' < 10$ est tracé figure 6.

FIG. 6. — Abaque ϵ' , ϵ'' , i_p pour ϵ' et $\epsilon'' < 10$.

L'intérêt de ces courbes est uniquement de vérifier la compatibilité des résultats obtenus : les trois valeurs ϵ' , ϵ'' , i_p ne sont pas indépendantes et l'abaque est un moyen de contrôle.

Lorsque ϵ'' est inférieur à $0,1$, on peut considérer que $\epsilon' = \text{tg}^2 i_p$. Par contre, si ϵ'' est assez grand, l'écart entre un angle « pseudo-brewstérien » i_B tel que $\text{tg}^2 i_B = \epsilon'$ et l'incidence principale i_p peut devenir très important : dans l'exemple de l'eau, cité plus haut, à 20°C , cet écart est de $4^\circ 30'$.

IV. Chauffage de l'échantillon. — L'échantillon à étudier est disposé dans un four recouvert d'un radôme

FIG. 7. — Schéma du four et du radôme.

chauffant afin d'avoir une température uniforme dans l'échantillon (fig. 7).

Les parois du four sont en briques alumineuses. Le chauffage est assuré par 8 baguettes « crusilite » en carbure de silicium réparties horizontalement au-dessous de l'échantillon et sur les côtés. Ces éléments rayonnent directement sur l'échantillon. Un régulateur, associé à un couple thermo-électrique (Pt-PtRh), agissant sur la puissance fournie au four permet une stabilisation de la température à ± 2 °C.

Le four est fermé par un radôme constitué d'un demi-cylindre de 20 cm de diamètre, en silice pure⁽²⁾, d'épaisseur uniforme (18 mm). Les génératrices de ce cylindre doivent être perpendiculaires au plan d'incidence du faisceau hertzien et l'axe géométrique du cylindre doit être exactement dans le plan défini par la surface libre horizontale de l'échantillon. Cette silice est transparente pour le faisceau hertzien (absorption inférieure au décibel) et on a vérifié qu'elle n'altérerait en aucun cas la polarisation de l'onde. Enfin, pour compenser le rayonnement de l'échantillon, on dispose dans la partie supérieure du radôme deux éléments « crusilite ». En plus de la régulation du four, un ajustement manuel du chauffage du radôme permet d'abaisser le gradient thermique dans l'échantillon jusqu'à une valeur inférieure au seuil de sensibilité des appareils de mesure.

Ce gradient est mesuré à l'aide de deux couples disposés convenablement dans l'épaisseur de l'échantillon à 1 cm l'un de l'autre et associés à un enregistreur à deux voies.

(2) Matériau en silice vitreuse appelé masrock (C.E.C.).

La température maximale de travail (1 200 °C) correspond aux possibilités des éléments « crusilite » dans nos conditions expérimentales.

V. Résultats. — Les mesures portent sur divers échantillons réfractaires :

- une silice vitreuse (masrock-C.E.C.),
- une alumine pure frittée (AL 100-SGPR),
- une alumine électrofondue (5211-Électroréfractaire).

La figure 8 donne les valeurs des angles de perte $\text{tg } \delta$ calculés à partir des mesures de ϵ' et ϵ'' entre la

FIG. 8. — $\text{tg } \delta$ en fonction de la température pour deux réfractaires.

température ambiante et 1 200 °C, pour les deux premiers échantillons. Les trois échantillons sont très peu absorbants jusqu'à 800 °C — angle de perte inférieur à 0,01. Entre 800 et 1 200 °C, la silice vitreuse et l'alumine frittée présentent une absorption notable ($\text{tg } \delta = 0,3$ à 1 000 °C pour le masrock), alors que l'alumine électrofondue reste toujours aussi transparente (angle de perte $\text{tg } \delta < 0,01$ dans tout le domaine de température).

Ces résultats montrent la possibilité d'étudier, à température élevée, la transparence des matériaux réfractaires. Parallèlement à cette étude, nous entreprenons des mesures de constantes diélectriques de sels fondus. L'apparition d'une conductivité se traduit formellement par un terme qui s'ajoute à la permittivité complexe.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] VON HIPPEL (A. R.), *Dielectrics and Waves*, John Wiley and Sons, 1962, p. 73 et p. 77.
- [2] CHARRU (A.) et BRETENOUX (A.), *C. R. Acad. Sc. Paris*, 1966, **263** B, 45.
- [3] BRUHAT (J.) et KASTLER (A.), *Optique*, Masson, 1965, p. 415.
- [4] MATHIEU (J. P.), *Optique*, 1. *Optique électromagnétique*, Sedes, 1965, p. 75 et p. 278.
- [5] GRANT (E. H.), BUCHANAN (T. J.) et COOK (H. F.), *J. Chem. Phys.*, 1957, **26**, 156.
- [6] COOK (H. F.), *Brit. J. Appl. Phys.*, 1952, **3**, 249.
- [7] LANE (J. A.) et SAXTON (J. A.), *Proc. Roy. Soc.*, 1952, **213**, 400.
- [8] LE GRAND (Y.), *Introduction à l'électromagnétisme des mers*, *Annales de l'Institut Océanographique*, 1952, **27**, 4, p. 255 et p. 271.
- [9] HARVEY (A. F.), *Microwave Engineering*, Academic Press, 1963, p. 249.
- [10] FRÖHLICH (H.), *Theory of Dielectrics*, Oxford University Press, 1963, p. 74.