Réalisation d'un réflecto-interféromètre dans la bande des 70 GHz destiné à la mesure de la permittivité complexe de liquides à fortes pertes. Application à l'étude de l'eau, de l'éthylène-glycol et du formamide en fonction de la température

A.M. Bottreau, Y. Dutuit, C. Marzat, J. Moreau

► To cite this version:

A.M. Bottreau, Y. Dutuit, C. Marzat, J. Moreau. Réalisation d'un réflecto-interféromètre dans la bande des 70 GHz destiné à la mesure de la permittivité complexe de liquides à fortes pertes. Application à l'étude de l'eau, de l'éthylène-glycol et du formamide en fonction de la température. Revue de Physique Appliquée, 1976, 11 (1), pp.163-166. 10.1051/rphysap:01976001101016300 . jpa-00243960

HAL Id: jpa-00243960

<https://hal.science/jpa-00243960>

Submitted on 1 Jan 1976

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.

Classification
 Physics Abstracts
 0.660 — 0.690
 5.445 — 8.740

RÉALISATION D'UN RÉFLECTO-INTERFÉROMÈTRE DANS LA BANDE DES 70 GHz DESTINÉ À LA MESURE DE LA PERMITTIVITÉ COMPLEXE DE LIQUIDES A FORTES PERTES. APPLICATION A L'ÉTUDE DE L'EAU, DE L'ÉTHYLÈNE-GLYCOL ET DU FORMAMIDE EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE (*)

A. M. BOTTREAU, Y. DUTUIT, C. MARZAT et J. MOREAU

Laboratoire d'Optique Ultra-Hertzienne (**),
 Université de Bordeaux I, 351 cours de la Libération, 33405 Talence Cedex, France

(Reçu le 2 juin, révisé le 4 juillet 1975, accepté le 31 juillet 1975)

Résumé. — Description et mise en œuvre d'un banc interférométrique dans la bande des 4 mm permettant de déterminer, à partir de la mesure du coefficient de réflexion, la permittivité complexe de liquides à fortes pertes en fonction de la température.

Application à la mesure de ε' et ε'' de l'eau, de l'éthylène glycol et du formamide en fonction de la température à 69,2 GHz.

Abstract. — Description and realisation of an interferometric apparatus in the 4 mm band for the determination of the complex permittivity from reflection coefficients for high-loss liquids as a function of temperature.

Application to the determination of ε' and ε'' of water, ethylene-glycol and formamide at 69.2 GHz.

1. Description du réflecto-interféromètre. — Une réalisation similaire s'appuyant sur le même principe nous avait donné toute satisfaction dans la bande des 35 GHz [1, 2]. L'extrapolation en bande E n'a cependant pas été immédiate. Parmi les difficultés qui sont apparues, citons :

— la réalisation au laboratoire de la cellule de mesure qui s'est avérée plus délicate ;

— les pertes en guide qui sont plus élevées et qui nous ont conduits à devoir trier les cristaux détecteurs en fonction de leur sensibilité après avoir réduit au maximum les longueurs et le nombre des éléments constitutifs ;

— les composants disponibles qui sont plus fragiles. Ainsi par exemple, nous avons dû améliorer la tenue mécanique des coupleurs directionnels et refaire les réglages des isolateurs à ferrite.

Le schéma retenu en bande E est représenté sur la figure 1.

FIG. 1. — Réflecto-interféromètre 69,2 GHz. Schéma du montage : (1) Alimentation stabilisée ; (2) Klystron ; (3) Stabilisation de fréquence ; (4) Cavité de référence ; (5) Cristal détecteur ; (6) Isolateurs à ferrite ; (7) Coupleur 3 dB ; (7') 10 dB ; (8) Déphaseur calibré ; (8') Déphaseur de précision ; (9) Atténuateur calibré ; (10) Liquide ; (11) Lame demi-onde ; (12) Bouclier thermique ; (13) Circulation d'air — 20 °C + 150 °C ; (14) Circulation d'eau 20 °C ; (15) Microvoltmètre.

Un coupleur 10 dB divise l'onde incidente émise du klystron en deux voies, une de *référence* (A) où sont placés deux déphaseurs calibrés et une de *mesure* (B) où est introduite la cellule contenant le liquide à étudier.

Le mélange de ces deux ondes se fait dans un cou-

(*) Etude faite dans le cadre d'un contrat D. R. M. E.

(**) Equipe de Recherche Associée au C. N. R. S.

pleur 3 dB terminé par un cristal détecteur qui permet de pointer la position des franges interférométriques et de relever la valeur de leurs minima au microvoltmètre.

Les longueurs *électriques* de ces deux voies ont été rendues aussi égales que possible. Une stabilisation de fréquence pilotée par une cavité de référence, est cependant nécessaire si l'on veut mesurer avec précision de faibles déphasages de quelques degrés.

La cellule de mesure (Fig. 2) est constituée d'un guide ouvert vertical rectangulaire : $3,10 \times 1,55$ mm, avec comme fond, une lame de quartz sur laquelle on dispose quelques gouttes de liquide.

FIG. 2. — Cellule thermostatée de mesure.

L'épaisseur de la lame de quartz est demi-onde, soit 2,38 mm pour une longueur d'onde guidée de 6,058 mm et une permittivité guidée de 6,45. Ce calcul théorique est confirmé par l'expérience (69,2 GHz).

De l'autre côté de la lame, un bouclier thermique en N 42, isole le reste du montage de toute dilatation. La variation de la température du liquide est produite par une circulation d'air chaud ou froid dans les parois de la cellule dans une gamme comprise entre -20°C et 150°C .

2. Détermination de ε' et ε'' . — Dès que l'épaisseur du liquide atteint quelques millimètres, il n'est plus nécessaire, si la substance est absorbante, de tenir compte des réflexions multiples internes, ce qui nécessiterait de connaître avec une très grande précision l'épaisseur de la lame de liquide à chaque température.

On peut ainsi ne pas tenir compte de la forme de la surface libre du liquide (ménisque), ni éventuellement des bulles qui se dégagent à la surface libre, ni des variations de hauteur qui seraient consécutives à des dilatations. Seul le dioptré au contact de la lame, doit être bien défini et sa température mesurée avec précision.

La mesure de la température est faite au niveau de la lame (Fig. 1) à l'aide d'un thermocouple. La montée thermique est faite très lentement (de l'ordre de $0^{\circ}5/\text{min}$). Dans ces conditions, le gradient thermique mesuré de la fraction du liquide dans laquelle se produisent les réflexions des ondes, est inférieur à 1°C . On remontera le thermocouple de quelques milli-

mètres au moment de la mesure pour ne plus perturber cette dernière.

La phase Ψ et le module $|R|$ du coefficient de réflexion complexe de ce dioptré sont déduits des indications des déphaseurs calibrés et des minima relevés au microvoltmètre après étalonnage par comparaison avec un atténuateur calibré.

Les déphasages étant en général faibles (quelques degrés) il a fallu réaliser un déphaseur de précision (Fig. 3) obtenu en effectuant un enfoncement micro-métrique d'une tige de quartz. La courbe d'étalonnage déphasage-enfoncement restant linéaire tant que l'on reste dans le domaine des petites perturbations ; la précision atteinte est inférieure à $\pm 0,05^{\circ}$.

Une mesure de référence est cependant nécessaire si l'on veut faire des mesures absolues. On utilise pour cela un miroir court-circuit que l'on dispose sur la lame demi-onde à l'endroit du liquide. Par la suite, nous avons l'intention d'utiliser l'eau bi-distillée pour cette référence.

La détermination du carré $|R|^2$ du module du coefficient de réflexion du premier dioptré du liquide en contact avec la lame demi-onde et de son déphasage Ψ , permet de déterminer dans un premier temps α_g et β_g , valeurs guidées de la constante de propagation complexe $\gamma_g = \alpha_g + j\beta_g$ à partir des relations :

$$\beta_g = \beta_{og} \frac{1 - |R|^2}{1 + |R|^2 + 2|R|\cos\Psi}$$

avec

$$\beta_{og} = \frac{2\pi}{\lambda_{og}}$$

$$\alpha_g^2 = 2\beta_{og}\beta_g \frac{1 + |R|^2}{1 - |R|^2} - (\beta_{og}^2 + \beta_g^2)$$

où

$$\beta_g = \frac{2\pi}{\lambda_g}$$

où λ_{og} et λ_g représentent les longueurs d'ondes guidées sans et avec liquide.

Dans un deuxième temps, on déterminera [2] :

$$\varepsilon'_g = \frac{\beta_g^2 - \alpha_g^2}{\beta_{og}^2} \quad \text{et} \quad \varepsilon''_g = \frac{2\alpha_g\beta_g}{\beta_{og}^2}$$

puis :

$$\varepsilon' = 1 + (\varepsilon_g - 1) \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_{og}} \right)^2 \quad \text{et} \quad \varepsilon'' = \varepsilon''_g \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_{og}} \right)^2$$

où $\lambda_0 = 2\pi/\beta_0$ représente la longueur d'onde à l'air libre.

3. Résultats obtenus. — Trois séries de mesures en fonction de la température ont été faites sur l'eau bi-distillée, l'éthylène-glycol, et le formamide. Les résultats des deux premiers sont représentés figures 3 et 4.

 FIG. 3. — Mesures, à 69,2 GHz, de ϵ' et de ϵ'' de l'eau en fonction de la température.

 FIG. 4. — Mesures, à 69,2 GHz, de ϵ' et de ϵ'' de l'éthylène-glycol en fonction de la température.

Nous avons comparé ces résultats avec ceux donnés par Lévine et Podlovchenko à une fréquence voisine [4], et ceux que l'on pouvait extrapoler à partir des mesures faites à plus basse fréquence.

En utilisant la relation

$$\frac{\epsilon^* - \epsilon_\infty}{\epsilon_s - \epsilon_\infty} = \frac{1}{1 + \left(j\frac{f}{f_r}\right)^{1-\alpha}}$$

avec $\epsilon_\infty = 4,23$ et $\epsilon_s = 80,4$ et $f_r = 17,09$ GHz, $\alpha = 0,013$ déduits des mesures faites sur l'eau à des fréquences inférieures comprises entre 0 et 35 GHz [3], [5].

On peut juger de la validité qu'il y aurait à extrapoler systématiquement des résultats à partir de la bande Q vers la bande E, les écarts pouvant atteindre 20 %.

Nous avons enfin étudié le comportement du formamide en bande E (Fig. 5). ϵ' varie très peu, par contre ϵ'' accuse une variation plus importante, comparable en valeurs relatives à celle mesurée pour l'éthylène-glycol.

 FIG. 5. — Mesures, à 69,2 GHz, de ϵ' et de ϵ'' du formamide en fonction de la température.

4. Conclusion. — En conclusion, le réflecto-interféromètre que nous proposons est d'une utilisation aisée. Il peut être utilisé pour une gamme thermique importante puisqu'il s'affranchit des dilatations. Ses performances dépendent :

- du soin apporté à la réalisation de la cellule,
- de la stabilisation en fréquence du klystron et de sa stabilité en puissance,
- de la qualité des composants hyperfréquence et tout particulièrement des coupleurs directifs et des unilignes.

Bibliographie

- [1] BOTTREAU, A. M., MARZAT, Cl., LACROIX, Y., DUTUIT, Y.,
C. R. Hebd. Séan. Acad. Sci. **276** B (1973) 255.
 - [2] LACROIX, Y., Thèse de 3^e cycle, Bordeaux, 1973.
 - [3] BOTTREAU, A. M., MOREAU, J. M., LAURENT, J. M., MAR-
ZAT, Cl., *J. Chem. Phys.* **62** (1975) 360.
 - [4] LEVINE, V. V., PODLOVCHENKO, T. L., *Zh. Strukt. Khim.*
SSSR **11** (1970) 766.
 - [5] MASON, P. R., HASTED, J. B., MOORE, L., *Adv. Mol. Relaxa-
tion Processes* **6** (1974) 217.
-