Spectromètre de mesures diélectriques automatisé dans le domaine de température (77 K - 380 K) et dans l'intervalle continu de fréquence (500 Hz -1 MHz)

A. Moliton, F. Decossas, J.-P. Moliton

► To cite this version:

A. Moliton, F. Decossas, J.-P. Moliton. Spectromètre de mesures diélectriques automatisé dans le domaine de température (77 K - 380 K) et dans l'intervalle continu de fréquence (500 Hz -1 MHz). *Revue de Physique Appliquée*, 1980, 15 (10), pp.1563-1570. 10.1051/rphysap:0198000150100156300 . jpa-00244881

HAL Id: jpa-00244881

<https://hal.science/jpa-00244881>

Submitted on 1 Jan 1980

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
 07.50 — 77.20

Spectromètre de mesures diélectriques automatisé dans le domaine de température (77 K - 380 K) et dans l'intervalle continu de fréquence (500 Hz - 1 MHz)

A. Moliton (*), F. Decossas (*) et J.-P. Moliton (**)

(*) Laboratoire de Physique Moléculaire

(**) Laboratoire des Radiations Ionisantes

U.E.R. des Sciences, 123, rue Albert-Thomas, 87060 Limoges, Cedex, France

(Reçu le 18 mars 1980, révisé le 1^{er} juillet 1980, accepté le 4 juillet 1980)

Résumé. — Nous décrivons un dispositif de mesures diélectriques automatisé ; les échantillons, solides ou liquides, peuvent être étudiés en fréquence entre 500 Hz et 1 MHz pour une température variant entre 77 K et 380 K. L'exploitation des résultats est particulièrement rapide ; à titre d'exemple, nous donnons pour deux corps les courbes $\varepsilon = f(T, \nu)$ qui condensent dans une représentation à trois dimensions les variations des paramètres diélectriques (ε' et ε'') en fonction de la température et de la fréquence.

Abstract. — We describe an automatic apparatus for dielectric measurements ; the samples, either solids or liquids, are studied in the [500 Hz-1 MHz] frequency range and for a temperature varying between 77 K and 380 K. The exploitation of results is particularly easy ; as an example, related to two samples, we give the curves $\varepsilon = f(T, \nu)$ which sum in a three dimensional representation the dielectric parameters (ε' and ε'') versus temperature and frequency.

1. Introduction. — Pour l'étude de l'interaction matière-rayonnement, il existe dans de nombreux domaines (Rayons X, Ultra-Violet, Visible, Infra-rouge, Infrarouge lointain) de véritables spectromètres qui rendent compte directement de l'absorption du rayonnement en fonction de la fréquence.

Dans le domaine des basses fréquences (que l'on fixe ici arbitrairement de 5×10^2 Hz à 10^6 Hz) l'étude de l'interaction du rayonnement avec un matériau diélectrique peut s'effectuer à l'aide des paramètres diélectriques ε' et ε'' définis de façon générale à partir de la permittivité relative complexe $\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$.

Initialement, et pour cette plage de fréquence, la détermination de ces paramètres s'obtenait en général à partir de l'équilibrage manuel d'un pont pour une fréquence fixée. Au cours de la dernière décennie, des ponts à équilibrage automatique sont apparus [1], fonctionnant à quelques fréquences fixes (100 Hz et 1 kHz par exemple [2]). Les microprocesseurs ont largement contribué à ce développement [3] matérialisé par l'apparition d'une nouvelle génération de ponts automatiques : on peut par exemple citer l'appareil Général Radio 1658 ou le pont Wayne-Kerr B 605 ; ce type d'appareillage est plus spécifiquement conçu pour le tri des composants.

L'extension de la gamme de fréquence, nécessaire à des études fondamentales, n'a été réalisée à notre connaissance que dans la version 1688 de Général

Radio qui permet des mesures à 254 fréquences comprises dans la plage [240 Hz-20 kHz].

Pour les études des mouvements moléculaires que nous avons entreprises [4], liées à l'absorption dipolaire Debye (A.D.D.), cette gamme de fréquence risque de se révéler à l'expérience trop basse et trop étroite [5] pour la détermination des énergies d'activation. C'est la raison pour laquelle nous préférons travailler dans la plage de fréquence précédemment mentionnée : 5×10^2 Hz à 10^6 Hz. Lorsqu'il existe plusieurs domaines d'absorption diélectrique (domaines α , β , γ des polyéthylènes oxydés [6] ou des copolymères éthylène-monoxycarbonate [7] par exemple) l'intervalle de fréquence considéré est encore trop étroit pour les étudier à température fixe ; il faut avoir recours à d'autres techniques expérimentales : mesures à l'aide de circuits résonnants (Q-mètre), puis mesures dans le domaine des ondes micrométriques et enfin en infrarouge lointain.

En tenant compte du déplacement en fréquence des phénomènes d'absorption diélectrique avec la température [8], on doit tout de suite rappeler qu'il est possible dans certains cas (s'il n'y a pas par exemple de transition de phase) d'étudier avec un seul type d'appareillage (pont dans notre cas) l'ensemble des domaines d'absorption diélectrique [5, 7]. Si une transition de phase apparaît toutefois, il est alors possible de l'étudier en déterminant notamment la température du

changement de phase à partir de ε' et en mettant aussi parfois en évidence une absorption diélectrique caractéristique des mouvements moléculaires qui ont lieu au cours du réarrangement structural. L'ensemble de ces considérations montre ainsi l'intérêt de pouvoir effectuer une étude diélectrique dans un domaine particulier de fréquence (5×10^2 Hz à 10^6 Hz pour ce qui nous concernera) et pour un intervalle de température important (77 K à 380 K).

Nous noterons tout de suite le grand nombre de mesures qui doivent être alors effectuées : si on étudie un échantillon à 5 fréquences (par exemple 5×10^2 Hz, 10^3 Hz, 10^4 Hz, 10^5 Hz, 10^6 Hz) dans une plage de température de 300° et si on effectue les mesures tous les deux degrés environ, on doit manuellement, pour un seul échantillon, réaliser $150 \times 5 = 750$ paires de mesures diélectriques qui correspondent aux deux paramètres ε' et ε'' ; en incluant également les 150 valeurs de la température (obtenue par la conversion, à partir de courbes d'étalonnages, de la d.d.p. produite par un thermocouple) on doit effectuer en tout 1 650 relevés de mesures. Le tracé des courbes $\varepsilon' = f(T)$ et $\varepsilon'' = f(T)$ n'est ensuite obtenu qu'après avoir porté en fonction de T les 1 500 valeurs de ε' et ε'' obtenues à partir de 1 500 calculs (certes très simples) qui font intervenir les résultats des 750 mesures de capacité (pour ε') et des 750 mesures de tangente de perte (ou de conductance pour ε'').

En outre, la durée des mesures manuelles aux différentes fréquences, demande une stabilité importante en température, difficile à obtenir, même si on impose une vitesse de réchauffement réduite ; celle-ci ne peut être guère inférieure à 1° toutes les 3 min. si l'on veut réaliser la manipulation dans un laps de temps convenable (15 h environ).

La longueur de ce travail expérimental (qui finit par être fastidieux) et de son exploitation directe sous forme des courbes $\varepsilon' = f(T)$ et $\varepsilon'' = g(T)$ explique sans aucun doute la raison pour laquelle les études diélectriques ne sont pas aussi utilisées que leur intérêt pourrait le laisser supposer.

C'est pour pallier à toutes ces difficultés que nous nous proposons de décrire un appareillage de mesures diélectriques entièrement automatisé fonctionnant à fréquences continuellement variables (entre 5×10^2 Hz et 10^6 Hz) et à températures variables (entre 77 K et 380 K).

2. Présentation générale de la manipulation. — Sur la figure 1 nous schématisons l'ensemble de la manipulation. Nous utilisons une chaîne HP IB pilotée par un calculateur 9825. Le pont de mesure (modifié comme nous le verrons pour fonctionner à fréquence continuellement variable) est un pont HP 4270 auquel on a adjoint le coupleur 16411 (cet ensemble pont et coupleur peut être remplacé éventuellement par l'appareil HP 4274). La fréquence de mesure est délivrée par un synthétiseur Adret 2230 qui possède une sortie TTL dont le niveau peut être inhibé. La

Fig. 1. — Présentation générale de la manipulation.

[General presentation of manipulation]

programmation de l'inhibition de ce signal est utilisée pour commander par l'intermédiaire d'un relais le circuit d'une résistance qui sert à la régulation *en tout ou rien* de la température T de la cellule de mesure diélectrique. Cette valeur T est obtenue à l'aide d'un microvoltmètre Keithley 172 A (associé à l'interface 1723) et d'un thermocouple blindé type Nickel chrome-Nickel allié ; il délivre une tension V introduite dans une expression analytique de la forme $T = aV^2 + bV + C$, évaluée directement par le calculateur. L'enceinte qui contient le condensateur est remplie de gaz inerte (hélium) ; elle est plongée plus ou moins dans l'azote liquide, selon le domaine de température étudié. La table traçante (HP 7225) adjointe au calculateur permet de visualiser très rapidement les résultats obtenus.

3. Les mesures diélectriques. — **3.1 LES CONDENSATEURS.** — Selon que les échantillons sont liquides ou solides, les condensateurs sont cylindriques (à influence totale) ou plan (avec anneau de garde). Dans les deux cas, nous utilisons des sorties électriques flottantes par rapport à la terre : l'ensemble cellule de mesure-connexion forme un condensateur à trois bornes que nous avons réalisé de façon telle que les deux capacités des fils de liaison soient faibles afin que leur influence soit négligeable [9] sur la mesure de la capacité propre, entre armatures, du condensateur.

Le condensateur cylindrique, spécialement conçu [10] pour les basses températures est placé dans une enceinte cylindrique réalisée en acier inoxydable et que nous avons modifiée ainsi : le fond a été obtenu en tirant de la masse la partie AB du tuyau (Fig. 2) par lequel passent les raccordements électriques ; à l'extrémité B a été soudé sous argon un raccord conique à

Fig. 2. — Condensateur cylindrique : Co : couvercles en acier inoxydable ; Cy : Partie cylindrique en acier inoxydable ; R : Bride plate des couvercles ; T : Joint en téflon ; V : Vannes d'alimentation en hélium gazeux ; S : Support en téflon de la cellule ; Tc : Thermocouples ; F : Sortie des fils de connexion électrique ; G : Guides isolant en téflon ; Ra : Raccord conique.

[Cylindrical condenser : Co : steel cover ; Cy : steel cylindrical part ; R : cover's flat edge ; T : teflon joint ; V : feed gates for gaseous helium ; S : cell's teflon support ; Tc : thermocouples ; F : connector's output ; G : teflon insulating guides ; Ra : conical connection.]

écrou hermétique et à embouts lisse-lisse (réf. Gachot 591-000) qui permet de réaliser pratiquement le passage des fils de connexion montés de façon telle que leurs capacités soient diminuées au maximum ; ces fils sont guidés par des pièces G en téflon aéré introduites dans les tuyaux qui font office de blindage et qui servent également au remplissage de la cellule en hélium inerte. La sortie des conducteurs se fait par l'intermédiaire de deux prises BNC étanches vissées sur un disque en acier inoxydable qui assure, grâce à un joint en indium, l'étanchéité de l'enceinte. La jonction avec les appareils est finalement réalisée avec des câbles coaxiaux (référence Radiall RG 62 A/U) très courts (25 cm) dont l'isolant en polyéthylène aéré rend la capacité très

petite (environ 10 pF). On a pu vérifier expérimentalement que les conditions requises précédemment pour l'utilisation du montage trois bornes de la capacité sont ainsi effectivement réalisées.

Le condensateur plan (Fig. 3) dont l'électrode *gardée* a un diamètre de deux centimètres est relié au système de mesure selon le même principe de guidage

Fig. 3. — Condensateur plan : 1 : passage des connexions ; 2 : anneau de garde ; 3 : ressort ; 4 : joint d'étanchéité.

[Plane capacitor : 1 : connectors ; 2 : guard ring ; 3 : compression spring ; 4 : tight joint.]

des connexions ; la réalisation est simplifiée par le fait que le diélectrique, solide, permet la fixation du condensateur à la partie supérieure de l'enceinte : on évite ainsi la réalisation délicate du passage des conducteurs dans les deux parties coudées à 90°. La température de l'échantillon est mesurée au niveau de l'anneau de garde relié à la masse par le blindage qui enveloppe le thermocouple. Les échantillons relativement minces (300 μ environ) sont métallisés par vaporisation d'argent ou d'aluminium sous vide.

3.2 LE PONT. — C'est un pont Hewlett Packard 4270 A constitué par un circuit digital qui contrôle les opérations d'équilibrage et fournit les résultats mesurés automatiquement par un pont d'admittance analogique muni d'un détecteur et d'un oscillateur interne ; ce dernier ne délivrant que quatre fréquences discrètes (1, 10, 100, 1 000 kHz) nous avons réalisé deux sorties BNC à partir des repères [11] A 13 et A 14 dont la liaison a été supprimée ; en appliquant à A 14 un signal externe de tension de référence égale à 1 volt par l'intermédiaire d'un synthétiseur, il est possible de réaliser des mesures pour toute fréquence ν appartenant à l'intervalle 500 Hz-1 MHz. On notera toutefois que la valeur affichée de la tangente de perte D doit être modifiée selon la relation

$$D_{\text{vrai}} = \frac{\nu_{\text{int}}}{\nu_{\text{ext}}} D_{\text{lu}} ;$$

en effet, la valeur de D est évaluée à partir de la relation : $D = G/2 \pi \nu C$ (G et C étant respectivement la conductance et la capacité), et dans le circuit digital qui

fournit la valeur de D affichée (D_{1u}) intervient en réalité la fréquence interne $\nu_{int.}$ du pont et non la fréquence externe $\nu_{ext.}$ appliquée effectivement à l'échantillon à la suite de notre modification.

3.3 FORMULES UTILISÉES POUR DÉTERMINER LES GRANDEURS DIÉLECTRIQUES (ϵ' ET ϵ''). — En utilisant la représentation d'un diélectrique par le circuit parallèle, nous désignons par G_0 et G les conductances de la cellule vide puis pleine de diélectrique. Les capacités correspondant à la seule partie active étant notées respectivement C_0 et $\epsilon' C_0$, et la capacité parasite (due aux connexions et à l'isolement des électrodes) étant représentée par C_p , les admittances du circuit parallèle sont alors :

— lorsque la cellule est vide :

$$Y_0 = G_0 + j\omega(C_0 + C_p);$$

la capacité $C_{0p} = C_0 + C_p$ correspond à celle fournie par l'appareil

— lorsque la cellule contient l'échantillon :

$$Y = G_0 + j\omega(\epsilon' C_0 + C_p) = G + j\omega C_{xp}$$

avec

$$G = G_0 + \omega\epsilon'' C_0 \text{ et } C_{xp} = \epsilon' C_0 + C_p$$

(capacité lue lorsque le diélectrique est introduit dans la cellule).

On en déduit les formules utilisées pour calculer ϵ' et ϵ'' :

$$\epsilon' = \frac{C_{xp} - C_p}{C_0}$$

et

$$\epsilon'' = \frac{G - G_0}{\omega C_0} \simeq D_{xp} \frac{C_{xp}}{C_0} - D_{0p}$$

où D_{xp} et D_{0p} sont les tangentes de perte lorsque la cellule contient ou ne contient pas l'échantillon.

3.3.1 Valeurs numériques. — Dans le cas du condensateur cylindrique, la capacité active C_0 a été étalonnée à l'aide du benzène utilisé comme diélectrique de référence, et on a obtenu : $C_0 = 36,62$ pF. La valeur de la capacité parasite a été déterminée à l'aide de la formule $C_p = C_{0p} - C_0$ qui conduit à une valeur moyenne (relativement à toutes les fréquences) égale à 8,5 pF (à 0,1 pF près).

Dans le cas du condensateur plan, on a

$$C_0 \simeq \frac{0,28}{e} \text{ (pF)}$$

avec e épaisseur de l'échantillon en centimètre ; la capacité parasite est particulièrement faible : 0,40 pF.

Pour les deux types de condensateur, on néglige la valeur de D_{0p} qui est de l'ordre de la précision du pont lors de la mesure de la tangente de perte : 2×10^{-4} (avec une reproductibilité de 10^{-4}) sauf pour les fré-

quences voisines de 1 MHz où les valeurs précédentes doivent être multipliées par un facteur voisin de 3. Compte tenu de nos cellules de mesure, les valeurs de ϵ' sont déterminées avec une incertitude absolue de l'ordre de 0,001.

4. Variation de la température de l'échantillon.

Après avoir longtemps utilisé un bain thermostatique qui permet notamment une bonne stabilité en température, nous avons adopté à nouveau le système du *cryostat à réserve de froid* en raison de son faible prix de fonctionnement.

La stabilité en température est améliorée par l'émersion graduelle de l'enceinte contenant le condensateur et par l'utilisation de *boucles* de chauffage (voir organigramme 6b). Nous avons fixé la vitesse de réchauffement à un degré toutes les deux minutes, ce qui conduit à des manipulations d'une durée de dix heures environ. La température est obtenue à partir d'un thermocouple nickel chrome-nickel allié ; la tension mesurée par le microvoltmètre est convertie directement en degré Kelvin selon trois relations établies par la méthode des moindres carrés et à partir des courbes d'étalonnage (voir organigramme 6a) :

— pour : $T < 173$ K ($V < -3,5$ mV) :

$$T = 195,28 - 15\,650\,V - 6,38 \times 10^6\,V^2$$

— pour : $173 \leq T < 273$ ($-3,5 \text{ mV} \leq V < 0 \text{ mV}$) :

$$T = 272,88 + 24\,140\,V - 1,03 \times 10^6\,V^2$$

— pour : $T \geq 273$ ($V \geq 0 \text{ mV}$) :

$$T = 273,02 + 25\,110\,V - 0,18 \times 10^6\,V^2.$$

La conversion ainsi effectuée introduit une erreur inférieure à 0,3 degré.

Les résistances utilisées (et dont la puissance est de l'ordre de 150 W) sont du type thermocoax Sodern de référence 1 Nc Ac 10 ; l'utilisation de ces résistances blindées alimentées à l'aide d'un transformateur d'isolement supprime le problème de l'influence électrique qui perturberait de manière importante les mesures diélectriques. Le transformateur d'isolement est relié à un alternostat alimenté par un circuit dans lequel est inséré un relais IEC 255-1 ; l'ouverture ou la

Fig. 4. — Schéma électronique du système de commande du circuit de chauffage.

[Heating control's electronic diagram.]

fermeture de ce dernier est commandée à partir d'un système (dont le schéma électronique est indiqué Fig. 4) relié à la chaîne HP IB par l'intermédiaire de la sortie TTL du synthétiseur dont le niveau peut être inhibé ou non par l'envoi de l'ordre (?) du calculateur. Le fonctionnement des résistances est commandé de façon telle que la vitesse de réchauffement soit respectée, que le chauffage soit coupé au moins 20 secondes avant le début des mesures diélectriques et durant leur réalisation; cette dernière condition permet une bonne stabilité de la température (qui est déterminée au début et à la fin des mesures, la valeur retenue correspondant à la moyenne des deux températures)

pendant les mesures diélectriques qui sont effectuées automatiquement en moins de 15 secondes.

5. **Organigrammes.** — Dans ce paragraphe et les figures jointes, nous indiquons les organigrammes qui nous ont servi à établir les programmes utilisés pour effectuer automatiquement les mesures diélectriques en fonction de la fréquence et de la température, et pour stocker les résultats exploités graphiquement par la suite. Nous indiquons sur la figure 5 l'organigramme général et sur la figure 6 le sous-programme de la mesure de la température (mesure de T : schéma 6a), ainsi que la partie du programme relative à la

Fig. 5. — Organigramme général.

[General organigram.]

Fig. 6. — (a) Organigramme relatif à la mesure de T . (b) Organigramme relatif à la régulation de T .

[(a) Organigram relating to temperature's measurement. (b) Organigram relating to temperature's regulation.]

régulation de cette température (schéma 6b); sur la figure 7 nous donnons l'organigramme de la partie spécifique aux mesures que nous avons couramment utilisées (500 Hz, 700 Hz, 1 kHz, 2 kHz, 4 kHz, 6 kHz, 10 kHz, 20 kHz, 40 kHz, 60 kHz, 100 kHz, 200 kHz, 400 kHz, 600 kHz, 1 000 kHz); les valeurs calculées de ε' et ε'' sont affectées à deux tableaux A(I) et B(I) (avec I variant de 1 à 15) mémorisés dans le fichier J avec la température correspondante. Il est à noter qu'il nous est possible d'inclure un nombre quelconque de mesures relatives à n'importe quelle autre fréquence du domaine d'étude.

Les sous-programmes sub 1, 10, 100, 1 000 (par exemple

« sub 1 » : wrt « coupleur », « L1F0T1R8V1NE »)

donnent l'ordre au pont de mesurer automatiquement la capacité C_{xp} et la tangente de perte D_{xp} ; la tension test est normale (0,5 V_{eff}); aucune tension extérieure n'est appliquée; le changement de gamme est automatique; la fréquence utilisée pour les conversions dans le circuit digital est respectivement de 1, 10, 100,

Fig. 7. — Organigramme relatif aux mesures diélectriques.

[Organigram relating to dielectric measurements.]

1 000 kHz; ces fréquences, transcrites en Hertz, sont stockées dans le registre W. Le sous-programme *impression* permet de faire écrire les fréquences ainsi que pour chacune d'elles le résultat du calcul de

$$\varepsilon' = \frac{C_{xp} - C_p}{C_0} \quad \text{et} \quad \varepsilon'' = \frac{D_{xp} C_{xp} W}{C_0 rro};$$

rro correspond à la fréquence extérieure délivrée par le synthétiseur.

6. Facilité d'exploitation des résultats et avantages par rapport aux mesures classiques. — Pour une température donnée, l'ensemble des opérations précédentes de mémorisation et d'impression des résultats demande moins de 15 secondes. Pour effectuer le même nombre de mesure et relever les résultats correspondants, il faut environ 10 fois ou 100 fois plus de temps selon que l'on utilise un pont à équilibrage automatique ou manuel. En rappelant que l'on effectue environ 150 mesures de ce type dans la plage de température étudiée, on peut considérer que l'on gagne environ cinq heures par rapport à l'utilisation d'un seul pont à équilibrage automatique; en outre, les résultats obtenus sont nettement améliorés grâce à la faible évolution de température pendant le court laps de temps du *relevé* des mesures. Il paraît difficilement

envisageable de pouvoir réaliser une manipulation aussi complète (en fonction de toutes les fréquences et températures considérées) avec un pont à équilibrage manuel.

L'utilisation des résultats stockés sur cassettes se fait à partir de programmes particulièrement simples qui utilisent le calculateur couplé avec la table traçante. Nous pouvons ainsi tracer successivement (ν représentant la fréquence et T la température) en un temps très court (quelques minutes) les courbes suivantes :

$$\begin{aligned} \varepsilon' &= f(\log \nu) && \text{pour } T \text{ fixé} \\ \varepsilon'' &= f(\log \nu) && \text{pour } T \text{ fixé} \\ \varepsilon'' &= f(\varepsilon') && \text{pour } T \text{ fixé} \\ \varepsilon' &= f(T) && \text{pour } \nu \text{ fixé} \\ \varepsilon'' &= f(T) && \text{pour } \nu \text{ fixé} \\ \varepsilon'' &= f(\varepsilon') && \text{pour } \nu \text{ fixé.} \end{aligned}$$

On a réalisé également un programme pour tracer en trois dimensions les courbes :

$$\varepsilon' = f(T, \nu) \quad \text{et} \quad \varepsilon'' = f(T, \nu).$$

A titre indicatif, on peut dire qu'il suffit d'environ 5 minutes pour obtenir ces deux courbes. La réalisation classique de tels diagrammes demanderait plusieurs jours d'un travail particulièrement fastidieux !

Fig. 8. — Terphane cristallisé : (a) : $\varepsilon' = f(T, \nu)$; (b) : $\varepsilon'' = f(T, \nu)$.
[Cristallized terphane : (a) : $\varepsilon' = f(T, \nu)$; (b) : $\varepsilon'' = f(T, \nu)$.]

7. **Quelques exemples d'utilisation.** — Nous avons étudié à titre d'exemple deux échantillons pour lesquels nous donnons les résultats particulièrement condensés à l'aide des courbes à trois dimensions (paramètres diélectriques représentés en fonction de la température et de la fréquence) :

— terphane (polytéraphthalate d'éthylène glycol provenant de la *célophane*) cristallisé : figures 8a ($\varepsilon' = f(T, \nu)$) et 8b ($\varepsilon'' = f(T, \nu)$).

(Pour cet échantillon, moulé sous forme de disque de faible épaisseur (voisine de 300 μ) nous avons utilisé le condensateur plan muni de son anneau de garde ; la phase solide a été étudiée).

— polyester (maléate de diéthylène glycol produit par le laboratoire de productions et transformation des plastiques du CNAM à Paris), de masse moléculaire moyenne égale à 320 g : figures 9a et 9b. Ce corps,

Fig. 9. — Polyester (maléate de diéthylène glycol) : (a) : $\varepsilon' = f(T, \nu)$; (b) : $\varepsilon'' = f(T, \nu)$.

[Polyester (diethylene glycol maleate) : (a) : $\varepsilon' = f(T, \nu)$; (b) : $\varepsilon'' = f(T, \nu)$.]

visqueux à la température ambiante, a été étudié à l'aide du condensateur cylindrique. On notera dans ce cas que la transition de phase solide $\rightarrow$ liquide est particulièrement mise en évidence par la brusque variation de ε' due à la libération des dipôles qui s'effectue pour toutes les fréquences à la même température (voisine de 240 K).

Dans le cas du terphane cristallisé, nous donnons les autres types de courbe qu'il est possible d'obtenir très

rapidement : $\varepsilon' = f(\log \nu)$ et $\varepsilon'' = f(\log \nu)$ pour T fixé (Figs. 10a et b) et $\varepsilon'' = f(\varepsilon')$ pour T fixé (Fig. 11a) ou ν fixé (Fig. 11b).

Fig. 10. — Terphane cristallisé : (a) : $\varepsilon' = f(\log \nu)$ pour T fixé ; (b) : $\varepsilon'' = f(\log \nu)$ pour T fixé.

[Cristallized terphane : (a) : $\varepsilon' = f(\log \nu)$ for fixed T ; (b) : $\varepsilon'' = f(\log \nu)$ for fixed T .]

La manipulation une fois mise au point, nous a permis d'obtenir en deux jours l'ensemble des résultats ainsi que les représentations que nous indiquons.

Fig. 11. — Terphane cristallisé : (a) : $\varepsilon'' = f(\varepsilon')$ pour T fixé ; (b) : $\varepsilon'' = f(\varepsilon')$ pour ν fixé.

[Cristallized terphane : (a) : $\varepsilon'' = f(\varepsilon')$ for fixed T ; (b) : $\varepsilon'' = f(\varepsilon')$ for fixed ν .]

8. **Conclusion.** — Le dispositif que nous venons de décrire permet de réaliser rapidement des mesures diélectriques particulièrement fastidieuses lorsqu'elles sont effectuées manuellement. Les différentes représentations (et notamment la représentation tridimensionnelle suggérée par Reddish [12]) obtenues également en un temps très court, nous permettront d'étudier les mouvements moléculaires pour des séries d'échantillons (polyesters, polyoxides...) ; cette étude à venir nous paraissait difficilement envisageable avec un appareillage classique. Nous nous proposons également d'étudier l'influence des irradiations sur les paramètres diélectriques ; un premier essai, relatif à un film d'acétate de cellulose, fabriqué par l'un de nous [13] et utilisé comme détecteur de traces, nous a permis de noter une importante modification des propriétés diélectriques (qui se manifeste surtout par une forte diminution de ε') à la suite d'une irradiation correspondant à une fluence de $2,23 \times 10^{11}$ ions Kr^{8+} (1,1 MeV/u.m.a.).

Bibliographie

- [1] HEDVIG, P., *Dielectric Spectroscopy of Polymers* (Adam Hilger) 1977.
- [2] YALOF, S., WRASIDLO, W., *J. Appl. Polym. Sci.* **16** (1972) 2159.
- [3] *IEE Conference Publication* (Bamber Press) 1979, 177.
- [4] MOLITON, A., Thèse d'Etat, Limoges (1977).
- [5] FREYMAN, R., SOUTIF, M., *La Spectroscopie Hertzienne* (Dunod) 1960.
- [6] MCCRUM, N. G., READ, B. E., WILLIAMS, G., *Anelastic and Dielectric Effects in Polymeric solids* (J. Wiley) 1967, pages 360 et 364.
- [7] DECOSSAS, F., MOLITON, A., MARCHAL, E., *J. Polym. Sci.* **18** (1980) 683.
- [8] LE MONTAGNER, S., *J. Phys. Radium* **21** (1960) 609.
- [9] FROMY, E., *Mesures en radiotechnique* (Dunod) 1963.
- [10] MOLITON, A., GERBIER, J., *Revue Phys. Appl.* **6** (1971) 273.
- [11] Operating and Service Manual, Automatic Capacitance Bridge 4270, Hewlett Packard, juin 1972.
- [12] REDDISH, W., *Pure Appl. Chem.* **5** (1962) 723.
- [13] MOLITON, J. P., VAREILLE, J. C., TEYSSIER, J. L., *Revue Phys. Appl.* **9** (1974) 731.