Impédancemètre automatique 100 Ω-1 TΩ

R. Nasri, A. Siblini, L. Jorat, G. Noyel

▶ **To cite this version:**

R. Nasri, A. Siblini, L. Jorat, G. Noyel. Impédancemètre automatique 100 Ω-1 TΩ. Journal de Physique III, 1997, 7 (11), pp.2171-2188. 10.1051/jp3:1997250 . jpa-00249709

HAL Id: jpa-00249709
https://hal.science/jpa-00249709

Submitted on 4 Feb 2008

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.

Impédancemètre automatique 100 Ω–1 TΩ

R. Nasri, A. Siblini (*), L. Jorat et G. Noyel

LRCCI Laboratoire de Recherche sur les Capteurs à Colloïdes et l'Instrumentation, Université Jean Monnet, 23 rue du Docteur Paul Michelon, 42023 Saint-Étienne Cedex 2, France

(Received 20 Janvier 1997, accepted 18 July 1997)

PACS.07 50.-e – Electrical and electronic components, instruments, and techniques

Résumé. — Dans ce travail nous présentons un système haute impédance totalement automatique fonctionnant dans la gamme de fréquence 1 mHz–10 kHz et conçu pour la mesure des impédances complexes (R_p // C_p) jusqu'à $10^{12}\Omega$. Pour cela nous avons construit, autour d'un analyseur vectoriel, un électromètre haute impédance programmable fonctionnant en mode shunt Ce dispositif utilisant des résistances de hautes valeurs et des condensateurs à faibles fuites, fait appel à l'électronique haute impédance ; les composants sont sélectionnés au moyen de relais Reed de très haute isolation commandés par un bus VXI.

Abstract. — This work presents a wholly automated high impedance system working in the frequency range 1 mHz–10 kHz and conceived to measure complex impedances (R_p // C_p) up to $10^{12}\Omega$. Therefore we have built, surrounding a gain phase analyser, a high impedance programmable electrometer working on shunt mode This apparatus using high resistances and low leakage capacitors, resorts to the high impedance electronics, the components are selected by the way of very high insulating Reed switches drived by a VXI bus.

1. Introduction

L'impédancemètre automatique que nous présentons dans cet article est d'un usage très général. Il permet de mesurer les impédances complexes constituées d'une résistance en parallèle sur un condensateur, voire des capacités pures d'une dizaine de picofarads à quelques microfarads ou des résistances pures d'une dizaine d'ohms à dix téraohms. Le fonctionnement a été automatisé grâce à un système modulaire HP 75000 et à un analyseur vectoriel Solartron 1253, ce dernier limitant la bande de fréquence explorée à 1 mHz–10 kHz. Ce dispositif a été conçu primitivement pour achever l'automatisation d'un spectromètre diélectrique couvrant la gamme de fréquence 1 mHz–20 GHz. De 10 kHz à 10 MHz les mesures sont effectuées par l'intermédiaire d'un impédancemètre HP 4275 A [1] Pour les hautes fréquences nous utilisons deux analyseurs de réseaux, le HP 8751 A et le HP 8510 B fonctionnant jusqu'à 20 GHz et permettant la mesure de la permittivité et de la perméabilité complexes relatives [2].

Nous avions tout d'abord développé une méthode de mesure du gain et de la phase basée sur la numérisation des signaux [3], par la suite nous avons utilisé un analyseur vectoriel afin d'augmenter la précision et d'élargir la bande passante La résistivité de la plupart des

(*) Auteur auquel doit être adressée la correspondance (e-mail . siblini@univ-st-etienne.fr)

© Les Éditions de Physique 1997

matériaux diélectriques augmentant rapidement en basse fréquence et à basse température un adaptateur d'impédance s'avère indispensable.

L'étude de faisabilité de l'impédancemètre automatique a été effectuée en plaçant un électromètre shunt en série avec le dipôle R_p // C_p (ou la cellule contenant l'échantillon) à mesurer; l'ensemble est sous le contrôle d'un analyseur vectoriel relié à un micro-ordinateur. Ce dispositif nous a permis de mettre au point, dans les grandes lignes, les tests concernant le choix du gain et de la meilleure configuration de Z_e [4]. En maintenant le même principe de mesure, nous avons réalisé le système totalement automatique décrit dans cet article qui, de plus, permet de suivre des phénomènes relativement rapides.

Ce dispositif est en fait un électromètre shunt automatique qui permet d'appliquer des tensions du même ordre de grandeur aux bornes de l'échantillon et à son entrée ; il est utilisable pour n'importe quelle application des électromètres de type shunt. Les performances ont été améliorées en augmentant le nombre de combinaisons possibles grâce à la sélection séparée de onze résistances shunt R_{ep} (de 10^2 à 10^{12} Ω) et de cinq condensateurs shunt C_{ep} (de 30 pF à 300 nF). La bande passante du système est actuellement limitée par celle de l'analyseur vectoriel Solartron 1253 (1 mHz−10 kHz) et elle pourrait être étendue en utilisant un analyseur plus performant. L'étage d'entrée est un amplificateur différentiel haute impédance dont les courants de polarisation extrêmement faibles permettent à la résistance de shunt d'atteindre 10^{12} Ω.

Le système complet est commandé au moyen d'un bus HPIB par un micro-ordinateur La commutation de R_{ep} et C_{ep} est assurée par des relais à très haute isolation commandés par le bus VXI du système d'acquisition HP 75000. La conception du logiciel, basée sur des tests préliminaires et le choix des limites de trois principaux paramètres, est décrite afin de montrer comment le système arrive à la meilleure configuration après un maximum de deux corrections de R_{ep} et C_{ep}.

Les performances de ce nouveau système sont illustrées par la mesure d'une capacité, variable en fonction du temps, placée en parallèle avec une résistance et par la mesure de la capacité C_p et de la résistance R_p d'un échantillon de tétrachlorure de carbone (CCl_4) en fonction de la température pour différentes fréquences Ces mesures montrent l'efficacité du système automatique pour les variations rapides de ces grandeurs notamment lors des changements de phase de CCl_4. Des spectres de relaxation diélectrique, en fonction de la température ou de la fréquence, permettent de juger de la fiabilité des mesures réalisées.

2. Description de l'appareillage

Ce nouveau dispositif (Fig. 1) qui utilise un système modulaire HP 75000 à bus VXI, un analyseur vectoriel Solartron 1253 et l'électromètre automatique réalisé au laboratoire couvre les gammes basses et très basses fréquences (de 1 mHz à 10 kHz). L'entrée de l'adaptateur haute impédance (amplificateur d'instrumentation) est shuntée par une résistance R_{ep} et un condensateur C_{ep}. Le HP 75000 permet la sélection automatique de l'impédance d'entrée et du gain de l'électromètre tout en assurant l'interfaçage par liaison HPIB avec l'ordinateur HP Vectra.

L'adaptateur haute impédance (AHI) est construit à partir de trois amplificateurs opérationnels : deux AD515AL et un AD510 (Fig. 2). Le AD515AL est un amplificateur opérationnel, à structure d'électromètre, caractérisé par ses très faibles courants de polarisation (75 fA maximum, la valeur mesurée *in situ* étant de 65 fA). Les entrées de l'amplificateur différentiel sont les entrées non inverseuses des amplificateurs opérationnels, leurs résistances apparentes sont donc très élevées. La tension aux bornes de R_{12} est V_e, et le courant dans les résistances R_{12} (1 MΩ), R_{13} et R_{14} (10 kΩ) est donc $I = V_e/R_{12}$. Le gain de cet étage est par conséquent

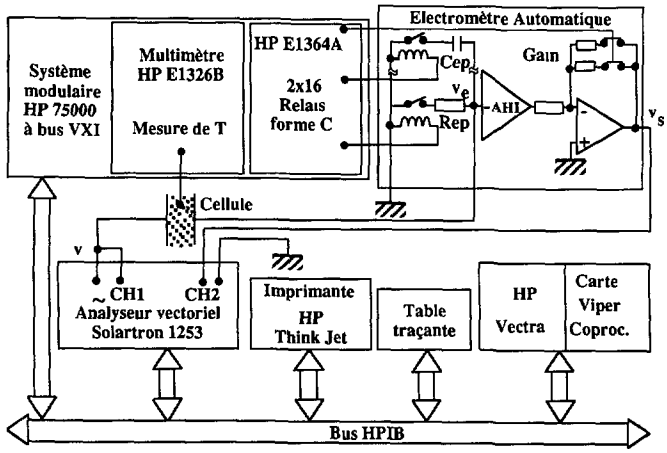

Fig. 1 — Schéma bloc de l'impédancemètre automatique (AHI · Amplificateur Haute Impédance).
[Block diagram of the automatic impedancemeter (AHI: High Impedance Amplifier).]

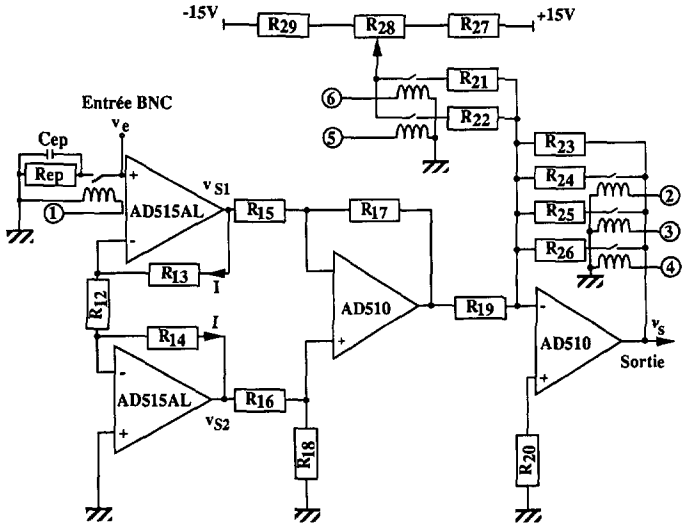

Fig. 2. — Amplificateur Haute Impédance. (1) symbolise la commande de l'un des seize relais sélectionnant R_{ep} (11 valeurs) et C_{ep} (5 valeurs). (2), (3) et (4) sont les commandes permettant de choisir le gain en tension. (5) ou (6) sélectionne la correction de la chute de tension due au courant de polarisation de l'AD515AL circulant dans $R_{ep} = 10^{11}$ Ω ou 10^{12} Ω.

[High Impedance Amplifier (1) for the control of one from sixteen switches to select R_{ep} (11 values) and C_{ep} (5 values). (2), (3) and (4) control the choice of gain and phase. (5) and (6) select the correction of the voltage drop due to the polarization current of AD515AL in $R_{ep} = 10^{11}$ Ω or 10^{12} Ω]

$(V_{s1} - V_{s2})/V_e = (R_{12} + R_{13} + R_{14})/R_{12} \approx 1$. Le dernier étage, qui utilise un AD510, permet d'obtenir quatre gains différents (1, 2, 5 et 10) suivant la résistance de contre réaction sélectionnée.

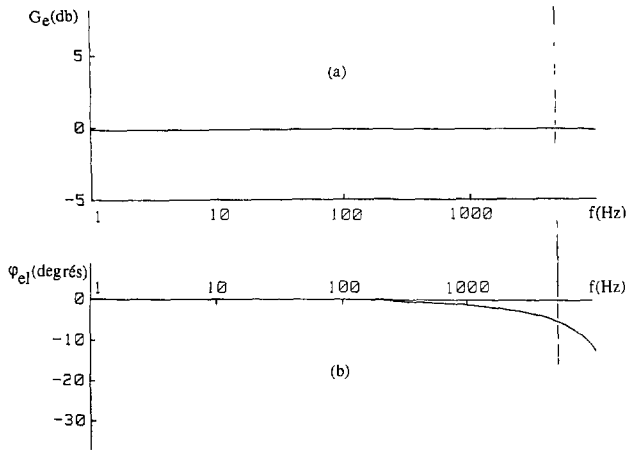

Fig 3. — Fonction de transfert de l'amplificateur haute impédance pour $G_e = 1$ (valeur nominale). a) $|G_e|_{db} = 20 \log(V_s/V_e)$ en fonction de la fréquence. b) φ_{el} (degrés) mesurée en fonction de la fréquence.

[Gain-phase diagram of the high impedance amplifier for $G_e = 1$ a) $|G_e|_{db} = 20 \log(V_s/V_e)$ *versus* frequency. b) φ_{el} (degrees) *versus* frequency]

L'impédance d'entrée de l'adaptateur a été mesurée *in situ*, pour le montage complet , on a obtenu 10^{14} Ω // 28 pF, valeurs qui tiennent compte de toutes les connexions y compris la borne d'entrée BNC. Il est donc possible de la shunter par des résistances pouvant atteindre 10^{12} Ω. Pour l'impédance shunt, on dispose d'un jeu de 11 résistances R_{ep} allant de $R_1 = 10^2$ Ω à $R_{11} = 10^{12}$ Ω et de 5 condensateurs C_{ep} de 33 pF à 330 nF Les résistances de forte valeur ont une tolérance et une stabilité thermique de 1 %, leur capacité parasite est d'environ 0.2 pF. Utilisables de -40 à 100 °C, elles ont un coefficient de température inférieur à 2500 ppm/°C.

Le principe même des mesures effectuées nous amène à commuter, en parallèle sur l'entrée de l'AHI l'une des résistances et l'un des condensateurs. Les faibles capacités seront associées aux résistances de plus fortes valeurs et doivent par conséquent présenter de très faibles fuites ($R_f > 10^{15}$ Ω, mesurée en continu pour $C_{ep} \leq 330$ pF) [5]. La commutation de ces composants (R_{ep}, C_{ep}) est assurée par des relais Reed Celduc AG61 de résistance d'isolement supérieure à 10^{15} Ω, eux mêmes actionnés à partir d'une carte HP E 1364 A (16 relais forme C) commandée par le bus VXI du système d'acquisition HP 75000 [6]. Le gain de l'étage de sortie est directement commutable par des relais de la carte HP.

Nous relevons la fonction de transfert v_s/v_e grâce à un programme permettant d'afficher et de mémoriser les valeurs numériques du gain. de la fréquence et de la phase. Ces données seront utilisées dans le programme d'automatisation. Le diagramme de Bode de la figure 3 (gain et phase) montre que le système peut être assimilé à un filtre passe bas du premier ordre. Le gain de l'électromètre est alors défini par $v_s/v_e = G_e \exp(j\varphi_{el})$ avec $\varphi_{el} = \text{Arctan}(\alpha f)$ où le coefficient α a été calculé à partir du lissage des points expérimentaux de la fonction de transfert.

3. Principe de la mesure

Le schéma équivalent du système de mesure est donné par la figure 4a. v est la tension sinusoïdale délivrée par le générateur de l'analyseur vectoriel Solartron 1253 fonctionnant dans la gamme de fréquence 1 mHz, 10 kHz [4].

L'utilisation du schéma série équivalent (Fig. 4b) et de la construction de Fresnel relative à ce circuit (Fig. 4c) permet de simplifier le calcul

$$v_e/v = G \exp(j\varphi'') \tag{1}$$

et

$$v_s/v_e = G_e \exp(j\varphi_{el}) \tag{2}$$

où v_s est la tension de sortie de l'électromètre, G_e est son gain et φ_{el} sa phase. On en déduit :

$$v_s/v = GG_e \exp(j\varphi'' + j\varphi_{el}) = G_m \exp(j\varphi_m) \tag{3}$$

d'où

$$\varphi'' = \varphi_m - \varphi_{el}. \tag{4}$$

G_m et φ_m sont respectivement le gain et la phase mesurés par l'analyseur vectoriel.

En posant $\varphi' = \text{Arg}(i/v)$ et $\varphi_e = \text{Arg}(i/v_e) = \text{Arctan}(R_{ep}C_{ep}\omega)$, on peut écrire d'après l'équation (4) et la figure 4c :

$$\varphi' = \varphi_e + \varphi'' = \varphi_e + \varphi_m - \varphi_{el}$$

ou

$$\varphi' = \text{Arctan}(R_{ep}C_{ep}\omega) + \varphi_m - \varphi_{el} \tag{5}$$

Les équations (3) et (4) permettent d'écrire :

$$G = V_e/V = G_m/G_e = |Z_e|/|Z_e + Z_p| \tag{6}$$

Z_e et Z_p sont les impédances respectives de l'électromètre (R_{ep} // C_{ep}) et de la cellule (R_p // C_p). G_e et φ_{el} ayant été obtenus avec précision grâce au programme de tracé de la fonction de transfert de l'électromètre, nous pouvons calculer les valeurs de G et φ' L'analyse du diagramme de Fresnel nous permet d'écrire :

$$R_s = (|Z_e|/G)\cos\varphi' - R_{es} \tag{7}$$

$$1/C_s = (|Z_e|/G)\omega \sin\varphi' - 1/C_{es}. \tag{8}$$

À partir de R_s et C_s et du facteur de pertes $D = R_sC_s\omega$ on déduit les valeurs des éléments parallèles R_p et C_p de la cellule $R_p = (1 + D^2)R_s/D^2$ et $C_p = C_s/(1 + D^2)$.

Le principe de la mesure est basé sur la connaissance précise de l'impédance d'entrée complexe Z_e de l'électromètre. Les électromètres automatiques programmables commercialisés fonctionnent en mode "feed-back" [6] pour lequel la chute de tension à l'entrée de l'appareil est très faible (tension de décalage) et l'impédance d'entrée complexe mal connue, entraînant ainsi une erreur prohibitive sur la composante capacitive de la cellule.

Des systèmes de mesure évolués ont cependant été réalisés en maintenant une faible tension aux bornes de Z_e (afin que presque toute la tension soit appliquée à l'échantillon placé en série avec l'électromètre) ; mais les auteurs ont été amenés, pour atteindre la précision souhaitée, à utiliser une capacité de référence à air qui peut être substituée à l'échantillon tout au long de la manipulation [7–9].

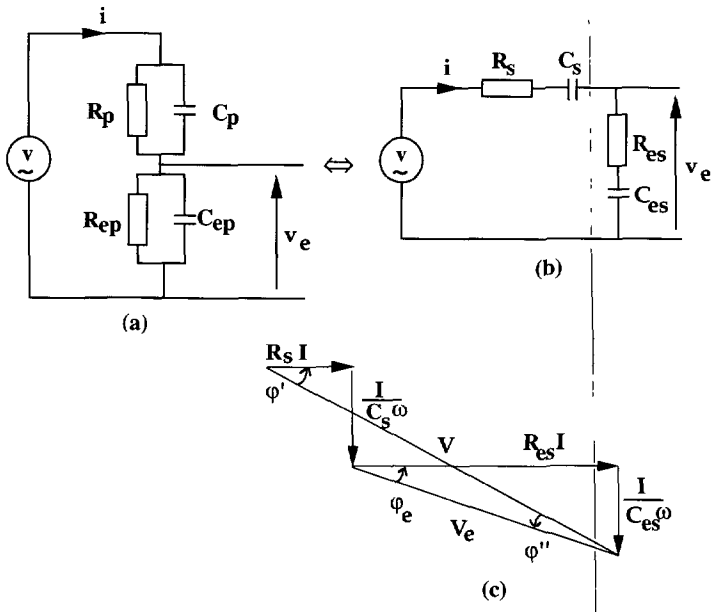

Fig. 4. — Principe de la mesure a) Schéma équivalent du système de mesure où R_p // C_p symbolise la cellule de mesure et R_{ep} // C_{ep} est l'impédance d'entrée de l'électromètre shunt. b) Schéma série équivalent au précédent c) Diagramme de Fresnel correspondant au circuit série

[Principle of measurement. a) Equivalent circuit of the measurement system where R_p // C_p symbolize the cell and R_{ep} // C_{ep} is the input impedance of the shunt electrometer. b) Series equivalent circuit of the system c) Fresnel's diagram corresponding to the series representation.]

Les matériaux étudiés présentent généralement une résistance élevée à basse température dans le domaine des basses et très basses fréquences et nous nous plaçons dans l'hypothèse des champs faibles pour laquelle leur réponse est linéaire et indépendante du champ ; ceci nous a amené à utiliser la méthode shunt basée sur la présence de tensions du même ordre de grandeur aux bornes de l'échantillon et du système de mesure.

Les précisions sur R_s et C_s et donc sur R_p et C_p vont essentiellement dépendre de celles de G (1 %) et de φ' (1°) mesurés par l'analyseur vectoriel ; la meilleure précision ($\approx$ 2 %) étant obtenue lorsque R_{ep} est voisine de R_p et C_{ep} voisine de C_p ce qui correspond à $\varphi' = 45°$. Afin que l'erreur sur R_p et C_p reste inférieure à 5 %, la phase φ' doit rester comprise entre 18° et 72° (Fig. 5) ce qui est rendu possible par la commutation des 11 résistances R_{ep} et des 5 condensateurs C_{ep} [4, 5].

4. Logiciel d'acquisition

4.1. ÉTUDE PRÉLIMINAIRE. — Les variables que nous devons changer automatiquement sont R_{ep}, C_{ep} et G_e et, puisque le déphasage φ_{el} de l'électromètre dépend de la valeur de V_e et de la fréquence f (voir fonction de transfert), il faut donc pouvoir disposer automatiquement de φ_{el} en fonction de G et f car $G = V_e/V$ et $v_s/v_e = G_e \exp(j\varphi_{el})$. Comme ce nouveau système comprend 11 résistances R_{ep} et 5 condensateurs C_{ep} indépendants, toutes leurs combinaisons parallèles sont possibles grâce au système d'acquisition HP 75000 à bus VXI interne [10].

Ceci permet un plus grand choix de la phase $\varphi_e = \text{Arctan}\,(R_{ep}C_{ep}\omega)$ par rapport à un simple

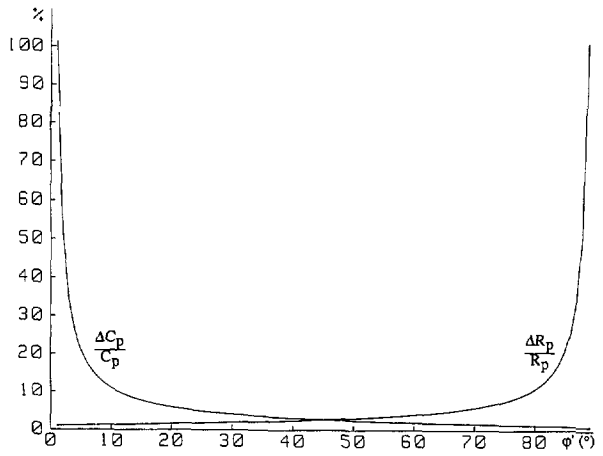

Fig 5. — Erreurs relatives sur C_{ep} et R_{ep} en fonction de φ'.
[Relative deviations on C_{ep} and R_{ep} *versus* φ']

électromètre shunt (pour lequel on commute des couples R_{ep}, C_{ep}). d'où une forte amélioration de la précision des mesures. En mode manuel, l'utilisation de résistances et de condensateurs séparés aurait pour inconvénient d'augmenter considérablement la durée de la recherche des valeurs les mieux appropriées ; ce qui serait incompatible avec le principe d'un enregistrement à température variable.

En mode automatique on peut explorer plusieurs fréquences lors d'un même enregistrement, les paramètres R_{ep}, C_{ep} et G_e sont alors optimisés pour chacune des fréquences, assurant ainsi la précision maximale ; ceci n'est évidemment pas possible en mode manuel pour lequel un seul jeu de paramètres est utilisé à une température donnée, quelle que soit la fréquence.

La réalisation du logiciel de commande de ce système est une opération complexe car elle dépend d'un grand nombre de paramètres corrélés entre eux. Afin de minimiser le nombre de commutations, il faut arriver à connaître le sens de variation de chacun de ces paramètres pour pouvoir déterminer les tests à effectuer et l'action qu'ils vont engendrer. C'est dans ce but que nous avons réalisé des programmes préliminaires théoriques de modélisation du système de mesure et des programmes de test appliqués à quelques matériaux connus de manière à maîtriser l'automatisation.

D'après l'équation (5), lorsque l'un des paramètres R_{ep}, C_{ep} ou ω change, l'impédance d'entrée de l'électromètre varie ainsi que φ_m, φ' et v_e mais nous ne savons pas *a priori* comment s'effectue la variation de φ' du fait de la complexité des relations entre les différents paramètres (Éqs. (5) à (8)). Nous allons tout d'abord fixer les limites de φ', G et V_s permettant d'assurer une précision satisfaisante et ensuite établir comment il faut changer R_{ep}, C_{ep} ou G_e pour ne pas dépasser ces limites.

4.2. Choix des limites. — Le schéma bloc (Fig. 6) indique ces limites et les paramètres qui peuvent agir sur celles-ci. Les limites sur V_s impliquent le changement de G_e et les limites sur φ' et G qui apparaissent dans les équations (5) et (6) commandent le changement de R_{ep} et C_{ep}.

4.2.1. Limites sur φ'. — La valeur de φ' joue un rôle capital sur la précision de la mesure de R_p et C_p ; pour $18° < \varphi' < 72°$ l'erreur relative est inférieure à 5 % [4] La meilleure précision,

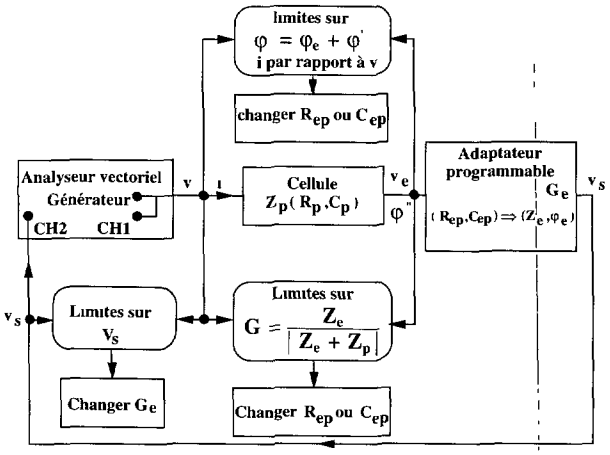

Fig 6 — Schéma bloc indiquant les limites sur φ', G et V_s qui permettent d'assurer une précision correcte et la manière dont les paramètres R_{ep}, C_{ep} et G_e agissent sur ces limites.

[Block diagram showing parameters involved by the choice of limits on φ', G, V_s and by which way R_{ep}, C_{ep} and G_e act on these limits to obtain a correct accuracy]

environ 2 %, est obtenue pour $\varphi' \approx 45°$ et à l'opposé on peut estimer que R_p et C_p restent mesurables pour $5° < \varphi' < 85°$ (Fig. 5).

4.2.2 Limites sur G . — La valeur de $G = V_e/V$ doit rester comprise entre 0,1 et 0,9 car si l'on dépassait ces limites, la tension aux bornes de la cellule ou aux bornes de l'électromètre serait très faible entraînant ainsi une perte de précision

4.2.3. Limites sur V_s. — Le choix de ces limites repose sur deux critères : le premier est que l'analyseur vectoriel comparant V à V_s, ces deux tensions doivent être du même ordre de grandeur si l'on veut obtenir une mesure précise ; le second est basé sur la considération de la réponse v_s/v_e en fonction de f qui dépend du niveau de la tension d'entrée V_e : pour ne pas détériorer le rapport signal sur bruit on fixe $V_e > 0{,}1$ volt efficace et afin que le gain complexe v_s/v_e de l'électromètre (pour la valeur nominale $G_e = 1$) reste constant jusqu'à 10 kHz, nous maintenons $V_e < 2{,}5$ volts efficaces Ces deux critères conduisent à retenir les limites suivantes : $0{,}2 \times V < V_s < 2 \times V$. Dans ces conditions, la fréquence maximale d'utilisation est celle du Solartron 1253 soit 10 kHz.

Lorsque les limites de φ' ou G sont dépassées R_{ep} et C_{ep} changent automatiquement et lorsque les limites de V_s sont atteintes c'est G_e qui change automatiquement selon des règles que nous définirons par la suite.

4.3. Programme de modélisation du circuit électrique. — Ce programme modélise le pont diviseur composé des impédances (R_p // C_p) et (R_{ep} // C_{ep}) placées en série. Pour des valeurs fixes de R_p et C_p on procède au balayage des valeurs de la résistance R_{ep} de 10^2 à 10^{12} Ω, de la capacité C_{ep} de 33 pF à 330 nF et de la fréquence f de 10^{-3} à 10^4 Hz. Le programme calcule φ', G et φ_e et imprime les résultats, il permet donc de connaître le sens d'évolution de ces paramètres en fonction de R_{ep}, C_{ep} et f Les expressions de φ' et G en fonction de R_{ep}, C_{ep} et ω sont déduites des équations (5) et (6) .

$$v_e/v = Y_p/(Y_p + Y_e) \tag{9}$$

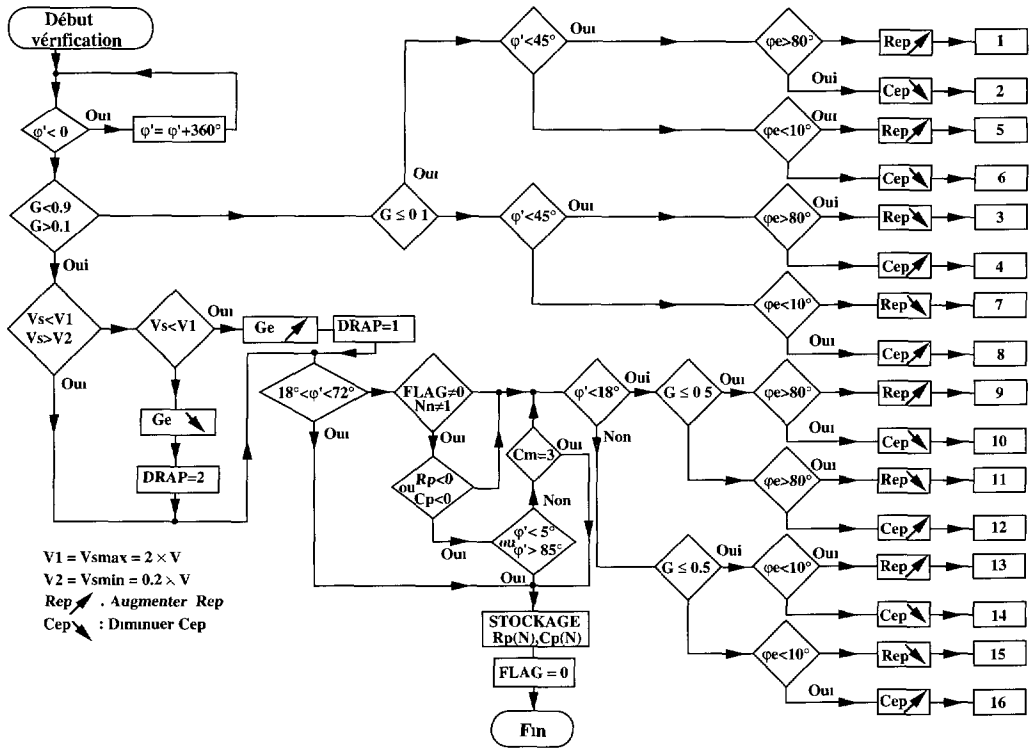

Fig. 7. — Organigramme du sous-programme de vérification des limites sur φ', G et V_s et de commande des corrections éventuelles de R_{ep}, C_{ep} et G_e

[Flow chart of the subroutine "verification" which acts on R_{ep}, C_{ep} and G_e to maintain φ', G and V_s within their limits.]

où $Y_p = 1/R_p + jC_p\omega$ et $Y_e = 1/R_{ep} + jC_{ep}\omega$. En posant $R_0 = (R_pR_{ep})/(R_p + R_{ep})$ et $C_o = C_p + C_{ep}$ on déduit :

$$G^2 = [(1/R_p)^2 + (C_p\omega)^2]/[(1/R_0)^2 + (C_0\omega)^2] \tag{10}$$

et

$$\varphi'' = \text{Arctan}\ (R_pC_p\omega) - \text{Arctan}\ (R_0C_0\omega) \tag{11}$$

et nous obtenons finalement :

$$\varphi' = \varphi'' + \varphi_e = \text{Arctan}(R_pC_p\omega) - \text{Arctan}(R_oC_o\omega) + \text{Arctan}(R_{ep}C_{ep}\omega) \tag{12}$$

4.4. Correction des mesures. — Notre appareil permet d'effectuer des enregistrements en mode isofréquence ou isotherme. Après chaque mesure un sous- programme est utilisé pour vérifier si tous les paramètres sont en accord avec les limites précédemment fixées ; l'organigramme de la figure 7 explique cette opération. Le fonctionnement de ce sous-programme se déroule de la façon suivante : si la phase φ' mesurée est négative on fait $\varphi' = \varphi' + 360°$ puis on vérifie la condition sur G $(0{,}1 < G < 0{,}9)$, si cette condition n'est pas réalisée, la mesure n'est pas bonne et on change R_{ep} et C_{ep} en respectant les conditions sur G, φ' et φ_e qui sont explicitées plus loin Si la condition sur G est satisfaite, nous passons à la vérification de à la

Tableau I. — *Exemples de mesures simulées pour lesquelles les conditions sur les limites ($18° < \varphi' < 72°$ ou $0{,}1 \leq G \leq 0{,}9$) ne sont pas vérifiées. La deuxième partie du tableau donne les nouvelles valeurs obtenues après correction suivant l'organigramme de la figure 7 et précise par quelle modification de R_{ep} ou C_{ep} on y est arrivé (chaque FLAG mémorise la correction effectuée et interdit de repasser par le même chemin).*

[Simulated measurements examples for which conditions on the limits ($18° < \varphi' < 72°$ or $0.1 \leq G \leq 0.9$) are not verified The second part of the table gives new values obtained after correction as the flow chart of Figure 7 shows and specifies by which modification of R_{ep} or C_{ep} we can satisfy limits conditions (each correction is memorized by a numbered FLAG to forbid the reverse operation after another test, preventing so any hesitation).]

		Rep(Ω)	Cep(F)	φ_e(°)	f(Hz)	φ'(°)	G	changer	FLAG
Avant la correction	①	10^6	$3\,82\times10^{-8}$	13 49	1	2.73	0 088		
	②	10^7	3.33×10^{-7}	87 26	1	4 41	0 047		
	③	10^4	$3\,78\times10^{-10}$	2 71	2000	85 67	0 058		
	④	10^6	3.82×10^{-8}	87.61	100	71 50	0 012		
Après la correction	①	10^7	$3\,82\times10^{-8}$	67 38	1	18 53	0 32	Rep↗	1
	②	10^7	$3\,82\times10^{-8}$	67 38	1	18 53	0 32	Cep↘	2
	③	10^5	3.78×10^{-10}	24.54	2000	67 90	0 4	Rep↗	5
	④	10^6	$3\,12\times10^{-9}$	62.97	100	70 26	0 124	Cep↘	6

condition sur V_s ($0{,}2 \times V < V_s < 2 \times V$). Si V_s est inférieure à $0{,}2 \times V$ on augmente G_e, au contraire, si V_s est supérieure à $2 \times V$ on diminue G_e.

Des drapeaux mémorisent l'augmentation (DRAP = 1) ou la diminution du gain G_e (DRAP = 2). Si le test sur V_s est correct on passe à la condition sur φ'. Les limites de φ' sont normalement 18° et 72°, mais si R_p ou C_p est négatif nous considérons l'intervalle $5° < \varphi' < 85°$ en acceptant donc une précision plus faible ; cependant si à l'issue des corrections (limitées à 2 par le compteur Cm) on reste à l'extérieur de cet intervalle avec R_p ou $C_p < 0$, l'échantillon est considéré comme purement résistif ou capacitif, nous ne retenons alors qu'une seule valeur soit R_p soit C_p.

Si la condition sur φ' est réalisée et si le numéro de la mesure N_n est différent de 1, un drapeau (FLAG = 0), indique que la mesure est correcte ; elle est donc stockée et le système est prêt pour une nouvelle acquisition. Dans le cas contraire, il faut effectuer une correction en agissant sur R_{ep} ou C_{ep} ; mais de même que lorsque la condition sur G n'est pas réalisée, la solution n'est pas évidente *a priori*.

4.4.1. Choix de R_{ep} et C_{ep} si la condition sur G n'est pas réalisée. — La condition sur G n'est pas réalisée lorsque $G < 0{,}1$ et $G > 0{,}9$; dans chaque cas nous examinons si l'on a $\varphi' < 45°$ ou $\varphi' > 45°$ et grâce au programme précédent nous obtenons les résultats du tableau I. Le sous programme de la figure 7 a été réalisé en utilisant ce tableau . C'est-à-dire que si $G < 0{,}1$, $\varphi' < 45°$ et $\varphi_e < 80°$) on augmente R_{ep} et on met FLAG =1 pour indiquer que, pour cette correction, nous avons emprunté ce chemin. Dans le cas où l'on a $G < 0{,}1$, $\varphi' < 45°$ et $\varphi_e > 80°$ on diminue C_{ep} (FLAG=2). Chaque numéro de FLAG correspond ainsi à un

chemin particulier. De même pour $G < 0{,}1$ et $\varphi' > 45°$ nous trouvons deux cas : $\varphi_e < 10°$ et $\varphi_e > 10°$, qui conduisent soit à augmenter R_{ep} soit à diminuer C_{ep}. Néanmoins, il existe aussi quatre cas pour G > 0,9 qui donnent lieu à une diminution de R_{ep} (FLAG 3 ou 7) ou à une augmentation de C_{ep} (FLAG 4 ou 8).

4.4.2. Choix de R_{ep} et C_{ep} si la condition sur φ' n'est pas réalisée. — Dans les deux cas $\varphi' < 18°$ et $\varphi' > 72°$ nous regardons si G est $\leq 0{,}5$ ou $> 0{,}5$ et nous testons φ_e d'après les résultats du programme théorique précédent. Sur l'organigramme (Fig. 7) nous voyons que pour chacun des paramètres φ', G et φ_e nous avons deux conditions (oui ou non), ce qui correspond donc à huit cas possibles

Pour $\varphi' < 18°$, $G \leq 0{,}5$ et $\varphi_e > 80°$, on augmente R_{ep} (FLAG = 9) et pour $\varphi_e < 80°$ on diminue C_{ep} (FLAG = 10) *etc.*

Pour que n tel que FLAG = n ait une signification claire, nous avons pris : n modulo 4 = 1 pour augmenter R_{ep}, n modulo 4 = 2 pour diminuer C_{ep}, n modulo 4 = 3 pour diminuer R_{ep} et n modulo 4 = 4 pour augmenter C_{ep}.

Enfin, nous avons prévu un compteur qui empêche d'effectuer l'opération inverse de la précédente lors du test suivant (pour une même mesure évidemment) afin d'éviter toute hésitation du système.

Nous avons aussi prévu une sortie sans effectuer de correction lorsqu'on arrive aux valeurs limites de R_{ep} et C_{ep}. Ces sorties sont repérées lors du stockage des résultats sur disquette, ce qui nous permet ensuite de tenir compte ou non de ces résultats.

Si FLAG = 0 à la sortie du programme de vérification, la procédure pour une nouvelle mesure se met en route.

Si FLAG $\neq$ 0 le résultat n'est pas stocké, son numéro reste inchangé et on recommence la mesure ainsi que le cycle de vérifications.

4.5. FONCTIONNEMENT DU LOGICIEL D'ACQUISITION. — Le logiciel d'acquisition définitif permet la mesure simultanée de R_p et C_p en fonction de la fréquence (en mode isotherme) ou de la température (en mode isofréquence). Le logiciel d'acquisition est rédigé en langage d'instrumentation HP Basic étendu qui possède toutes les macro-instructions nécessaires pour dialoguer avec les différents appareils *via* le bus HPIB (Fig. 1).

La mise en route du programme initialise tous les appareils de mesure. La figure 8 est l'organigramme général d'acquisition des composantes résistive et capacitive de l'échantillon à chaque température dans le mode isofréquence. Après initialisation des appareils de mesure, les valeurs déterminées par le programme pour les résistances R_{ep}, les condensateurs C_{ep} et les gains G_e sont affichées à l'écran. Les mesures peuvent être effectuées pour une ou plusieurs fréquences (on fixe le nombre de fréquences et leurs valeurs au début de la manipulation) lors d'un même balayage en température.

On définit la gamme de température explorée ainsi que le pas de variation de la température ΔT entre deux mesures successives (la température variant avec une vitesse constante). Le graphe de la rampe de température (croissante ou décroissante) s'affiche à l'écran en fonction du temps. La tension appliquée à la cellule en série avec l'adaptateur est issue de l'analyseur vectoriel, son amplitude est fixée au début de la manipulation (elle doit être inférieure ou égale à 10 V).

Au début de la manipulation, le programme commence par la lecture de la température $T = T_{in}$ correspondant à l'instant $t = 0$. Au cours de la manipulation, le logiciel lit constamment la température T_1 et si $T_1 = T_{in}$ est égal à la variation de température ΔT choisie (T_{in} étant alors la température au début de la mesure précédente), le logiciel permet la mesure du déphasage $\varphi'(N)$ et du gain $G(N)$ en procédant à la fermeture des relais correspondant aux valeurs choisies ou sélectionnées automatiquement de R_{ep}, C_{ep} et G_e.

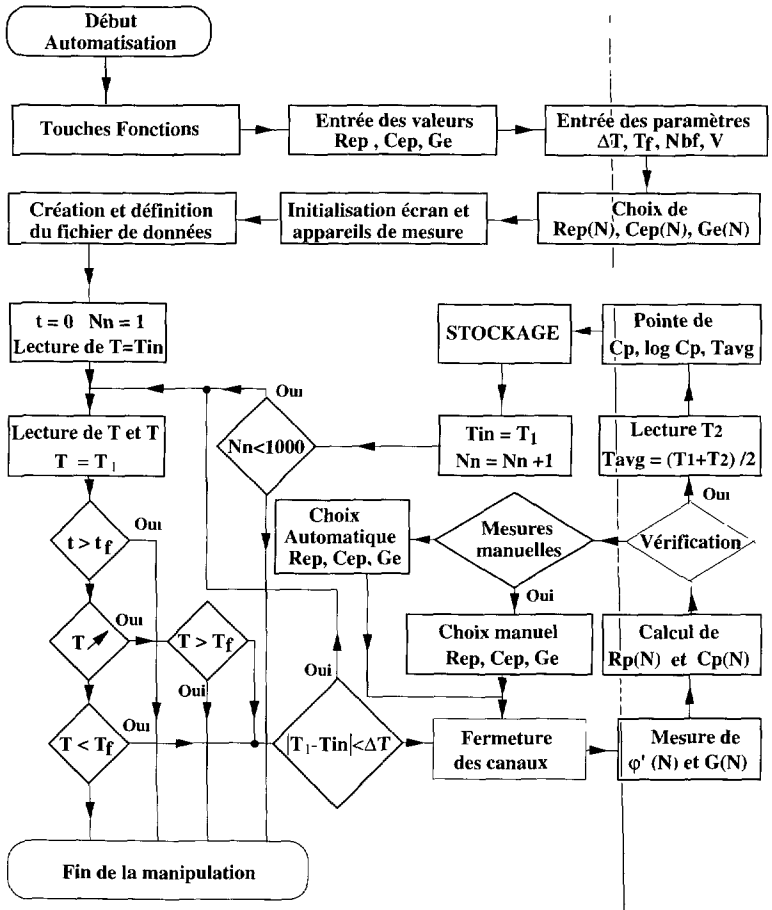

Fig. 8 — Organigramme du programme d'acquisition des mesures en mode isofréquence.
[Flow chart of the acquisition of data, program working in isofrequency mode]

Le déphasage et le gain dépendent de la fréquence f repérée par la variable N Une fois $\varphi'(N)$ et $G(N)$ mesurés, le logiciel permet le calcul de $R_p(N)$ et $C_p(N)$, ainsi que la vérification de la mesure ($\varphi'_{min} < \varphi' < \varphi'_{max}$ et $0{,}1 < G < 0{,}9$).

À la fin de la vérification et si la mesure est bonne, le logiciel mesure la température T_2 et effectue la moyenne avec la température T_1 relevée au début de la mesure

Les résultats sont pointés sur l'écran de l'ordinateur où l'on affiche C_p et log C_p en fonction de la température et ils sont aussi stockés sur disquette. Si la mesure n'est pas bonne, le logiciel procède automatiquement au changement de $R_{ep}(N)$, $C_{ep}(N)$ et $G_e(N)$.

Le cycle de fonctionnement se répète jusqu'à ce que la température finale T_f ou le nombre maximal de mesures $N_n = 1000$ soit atteint ; le fichier se ferme alors automatiquement.

On peut noter, en conclusion, que l'automatisation du système est totale et effective car l'ensemble des tests est fait dans un ordre tel qu'il n'y a pas d'hésitation possible entre plusieurs couples R_{ep},C_{ep}. Si les caractéristiques de l'échantillon changent, toutes les conditions sont à nouveau satisfaites après seulement une ou deux modifications de R_{ep},C_{ep} ou G_e.

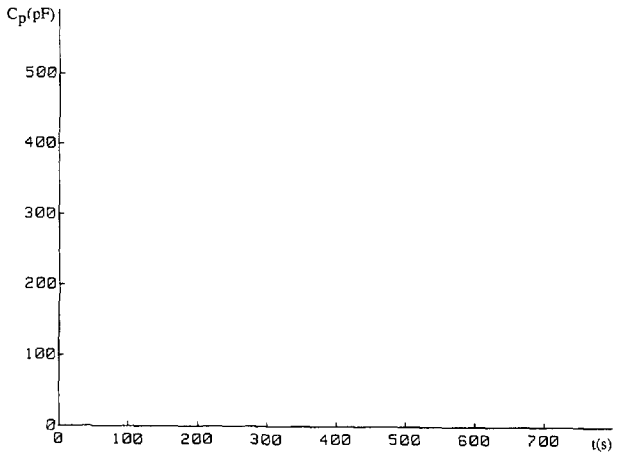

Fig 9. — Enregistrement de la capacité d'un condensateur à air variant en fonction du temps (il y a inversion du sens de rotation vers 400 secondes Les mesures sont effectuées à 10 Hz).

[Recording of the capacitance C_p of an air capacitor varying *versus* time (after about 400 seconds the rotation direction is inverted. Measurements are realized at 10 Hz)]

5. Résultats expérimentaux

L'objet de ce paragraphe est d'illustrer le fonctionnement de notre dispositif, piloté par le logiciel d'acquisition. Nous présentons successivement la mesure d'une capacité à air en fonction du temps afin de mettre en évidence deux types d'erreurs, puis des enregistrements faisant apparaître des changements de phase ou des phénomènes de relaxation (en fonction de la température ou en fonction de la fréquence). La permittivité complexe relative d'un matériau se déduit facilement des mesures (R_p, C_p) et des caractéristiques de la cellule [5]

5.1 MESURE D'UNE CAPACITÉ VARIANT AU COURS DU TEMPS. — Un condensateur à air comportant plusieurs armatures semi-circulaires est entraîné par un moto-réducteur, la capacité varie ainsi de 36 pF à 530 pF en 400 secondes. La figure 9 présente la variation de cette capacité en fonction du temps pour les deux sens de rotation, la mesure étant effectuée à 10 Hz. La vitesse de rotation est constante, mais la variation de capacité n'est pas linéaire en raison de la forme des armatures. La durée d'une mesure complète est de deux périodes ; pour les fréquences supérieures à 10 Hz, cette durée est donc inférieure à 0,2 seconde et par conséquent la variation de capacité durant une mesure est négligeable. L'erreur n'est alors due qu'à la précision de la mesure et elle reste inférieure à 5 %, en pratique l'appareil choisit la meilleure configuration (R_{ep}, C_{ep}) et l'incertitude est voisine de 2 % (Fig. 10). Pour ces essais, on a placé une résistance R_p de 10^5, 10^6 ou 10^7 Ω en parallèle sur le condensateur, cette valeur de R_p n'influe pas sur la mesure de C_p.

La figure 10 présente deux courbes, l'une est celle de l'erreur relative constatée expérimentalement sur la valeur de C_p, l'autre montre la variation relative durant la mesure (deux périodes à la fréquence considérée). Il apparaît clairement qu'aux basses fréquences, la variation de capacité est importante entre deux mesures et cette variation constitue l'essentiel de l'erreur sur C_p. Par conséquent on ne pourra effectuer des mesures correctes à basse fréquence que si le phénomène considéré est suffisamment lent.

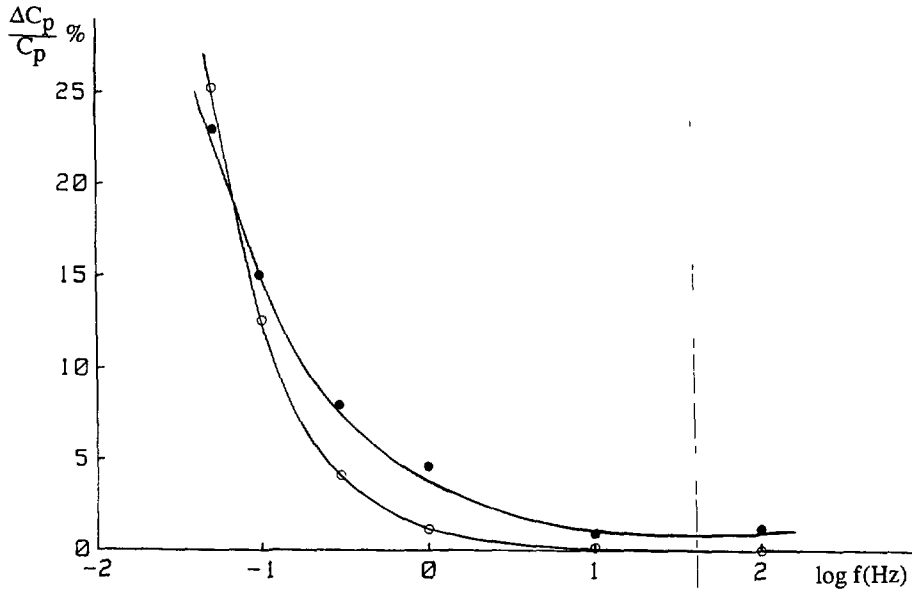

Fig. 10 — Erreur relative commise sur la valeur d'une capacité à air en fonction de la fréquence de mesure. ● erreur expérimentale, ○ variation relative de C_p pendant la durée de la mesure (deux périodes)

[Relative variations of an air capacitance C_p *versus* the frequency of measurement. ● experimental error, ○ relative variation of C_p during the measurement (two periods).]

5.2. PERMITTIVITÉ DU TÉTRACHLORURE DE CARBONE. — Nous présentons (Fig. 11) un enregistrement isofréquence (f=1000 Hz) de la permittivité de CCl_4 obtenu à température lentement décroissante (1 °C/min) de l'ambiante à -130 °C [5]. Cette courbe expérimentale, enregistrée automatiquement, permet de mettre en évidence les phases liquide, plastique et solide de ce matériau bien que les variations de ε' soient extrêmement faibles. Entre les phases plastique et solide on obtient $\Delta\varepsilon' \approx 0{,}05$ soit $\Delta\varepsilon'/\varepsilon' \approx 2$ %, la mise en évidence de cette transition de phase de faible amplitude montre l'excellente résolution de l'appareil (celui-ci garde la même configuration et par conséquent les erreurs systématiques, si elles existent, sont les mêmes dans les deux cas) puisque l'on enregistre des variations relatives du même ordre de grandeur que la meilleure précision que l'on peut attendre du dispositif. En conclusion, les permittivités de CCl_4 mesurées dans les trois phases sont entachées de la même erreur et les températures de transition sont par conséquent déterminées avec précision.

5.3. PERMITTIVITÉ COMPLEXE DU DIÉTHYLÈNE GLYCOL (DEG) EN RÉGIME ISOFRÉQUENCE

Les enregistrements isofréquences (Fig. 12) de la permittivité complexe du diéthylène glycol, liquide organique diélectrique, montrent le parfait accord entre les mesures obtenues en basse fréquence (de 1 Hz à 100 Hz) grâce à l'appareil présenté et celles effectuées à plus haute fréquence (de 10 kHz à 400 kHz) avec le LCR-mètre automatique HP 4275A. L'intérêt majeur des enregistrements isofréquences est d'obtenir plusieurs courbes lors d'un même balayage en température [11] ; ainsi les six spectres d'absorption $\varepsilon''(\theta)$ et les six spectres de dispersion $\varepsilon'(\theta)$ entre 10 kHz et 400 kHz ont été obtenus pour une même rampe de température

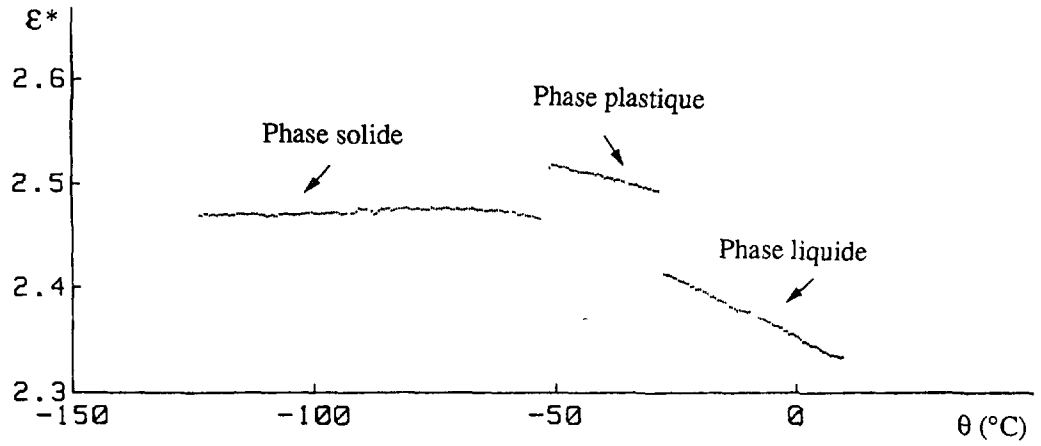

Fig. 11. — Enregistrement isofréquence (1000 Hz) de la permittivité du tétrachlorure de carbone, à température lentement décroissante (1 °C/min), faisant apparaître trois phases

[Isofrequency recording (1000 Hz) of the permittivity of carbon tetrachloride at slowly decreasing temperature (1 °C/min), three phases are observed]

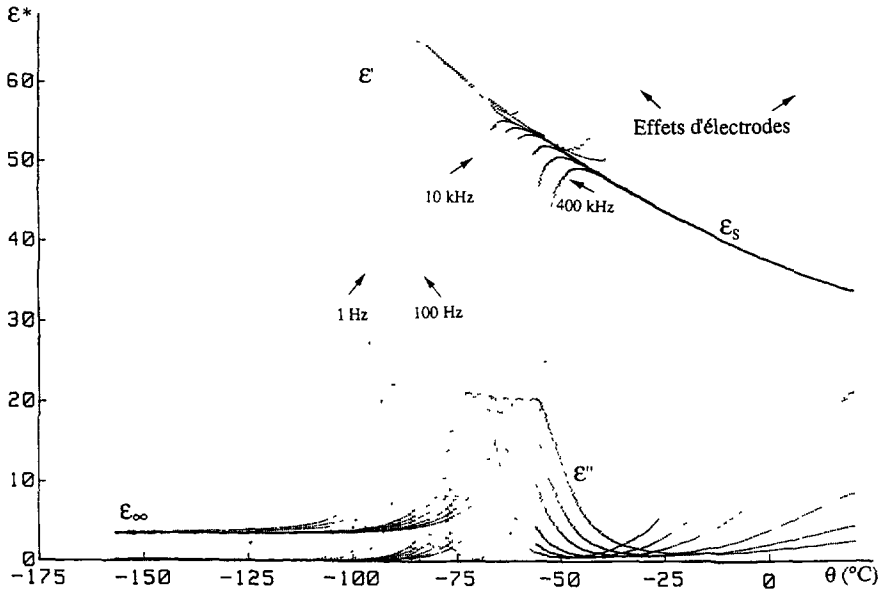

Fig 12. — Permittivité complexe du diéthylène glycol en régime isofréquence de l'ambiante à −160 °C (0,5 °C/min). Pour 1, 10 et 100 Hz les mesures sont effectuées avec notre impédancemètre et pour 10, 20, 40, 100, 200 et 400 kHz elles sont obtenues au LCR-mètre HP 4275 A

[Complex permittivity of diethylene glycol in isofrequency mode from room temperature to −160 °C (0.5 °C/min) For 1, 10 and 100 Hz measurements are realized with our impedancemeter and for 10, 20, 40, 100, 200 and 400 kHz they are obtained using the LCR meter HP 4275 A.]

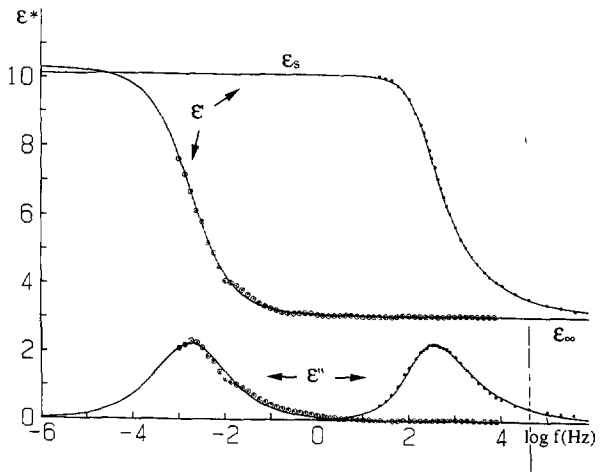

Fig 13 — Permittivité complexe du dibutyle phtalate mesurée en régime isotherme. Les mesures sont effectuées avec notre impédancemètre de 10^{-3} Hz à 10^4 Hz et au LCR-mètre HP 4275 A aux fréquences supérieures. ○ $\theta = -96{,}2$ °C, ● $\theta = -79{,}5$ °C.

[Complex permittivity of dibutyl phthalate measured in isothermal mode. From 10^{-3} to 10^4 Hz measurements are realized with our impedancemeter and at higher frequencies by mean of the LCR meter HP 4275 A. ○ $\theta = -96{,}2$ °C ● $\theta = -79{,}5$ °C]

lentement décroissante (0,5 °C/min) de l'ambiante à −160 °C. En basse fréquence les courbes à 10 Hz et 100 Hz résultent d'un même balayage en température et celle à 1 Hz a été enregistrée séparément ; en effet, plus la fréquence est basse et moins on peut multiplier le nombre d'enregistrements simultanés car les temps d'établissement des régimes permanents (les transitoires sont dus aux changements de gammes) et la durée des mesures deviennent incompatibles avec la vitesse de refroidissement.

Ce type d'enregistrement fait apparaître directement les variations $\varepsilon_s(\theta)$ et $\varepsilon_\infty(\theta)$ sous forme de courbes enveloppes, les effets d'électrodes étant clairement identifiables. On utilise ici les notations ε_s et ε_∞ car elles correspondent respectivement aux permittivités statique et haute fréquence qui seraient obtenues pour un isotherme réalisé à la température considérée. En ce qui concerne le réseau $\varepsilon''(\theta)$, il conduit évidemment aux températures de relaxation correspondant à chacune des fréquences choisies et il permet ainsi de suivre l'augmentation de l'amplitude du pic lorsque la température diminue.

5.4 Permittivité Complexe du Dibutyle Phtalate (DBP) en régime Isotherme

Différents modèles phénoménologiques semi-empiriques des processus de relaxation ont été dérivés de celui de Debye [12] en prenant la fréquence pour variable, d'où l'intérêt des enregistrements isothermes lorsque l'on veut comparer les résultats expérimentaux à l'un de ces modèles La figure 13 donne deux exemples d'enregistrements isothermes effectués à −79,5 °C et −96,2 °C sur un échantillon de Dibutyle Phtalate, avec notre appareillage. Les mesures au-dessous de 10 kHz provenant du LRC-mètre HP4275A, on peut constater la parfaite continuité des données fournies par les deux systèmes de mesure. Les tracés continus correspondent aux meilleurs lissages des données expérimentales suivant le modèle d'Havriliak-Negami [13], la méthode de lissage [14] et les paramètres obtenus [15] ont été publiés dans de précédents articles.

L'enregistrement à −96.2 °C est assez proche de la température de transition vitreuse θ_g = −99,6 °C du DBP [16] et montre la validité des mesures effectuées grâce notre dispositif, jusqu'à 1 mHz.

6. Conclusion

L'impédancemètre automatique que nous avons présenté dans cet article peut convenir à toutes les applications qui utilisaient précédemment un électromètre shunt, et ceci pour des fréquences allant jusqu'à 10 kHz (limite qui peut être repoussée en changeant simplement de modèle d'analyseur vectoriel) et des résistances atteignant 1 TΩ. Seul l'étage haute impédance d'entrée comprenant la commutation des résistances et condensateurs shunt exige des précautions particulières. La mise au point du logiciel d'acquisition, qui permet d'obtenir très rapidement la meilleure configuration du circuit d'entrée, a été longue et délicate car tous les cas possibles devaient être envisagés ; mais les organigrammes étant bien établis l'implantation de ce logiciel sur un micro-ordinateur ne présente aucune difficulté La commande des relais haute isolation a été confiée à un système modulaire standard HP75000 à bus VXI interne ; ce système est lui-même piloté, tout comme l'analyseur vectoriel, par le micro-ordinateur *via* le bus HPIB.

La précision du système (meilleure que 5 % mais le plus souvent proche de 2 % car le choix de l'impédance d'entrée est optimisé) mérite d'être soulignée, d'autant plus qu'elle est obtenue sans faire appel à une méthode lourde de comparaison à des éléments de référence Différents enregistrements ont été présentés afin de montrer, sans être exhaustifs, la diversité des mesures réalisables, leur précision (raccordement à des courbes issues d'autres appareillages) et la résolution du système (cas des transitions de phase).

Bibliographie

[1] Huck J., Noyel G. and Jorat L., Automated Spectrometer for Dielectric Measurements over the Frequency Range 10^7–10^{-4} Hz and from 350 to 77 K, Conf. publ , 5th ICDMMA, Canterbury 27-30 June 1988, IEE London, pp.328-331.

[2] Vincent D., Jorat L., Monin J. and Noyel G., Improvement of Transmission/Reflexion Method for Dielectric and Magnetic Measurement on Liquids between 0.1 and 20 GHz, *Meas. Sci. Technol.* **5** (UK) (1994) 990- 995.

[3] Noyel G., Huck J. et Bondeau A., Traitement de l'Absorption et de la Dispersion Diélectrique dans le Domaine des Très Basses Fréquences par une Méthode d'Échantillonnage, *Rev. Phys. Appl.* **14** (1979) 653-659.

[4] Derriche O., Jorat L. et Noyel G., Système Automatique de Mesure Diélectrique Utilisant un Analyseur Vectoriel dans la Gamme 1 mHz 10 kHz, C. R. 11ème Coll. OHD, Hammamet, Tunisia 3-6 Septembre 1991, (École Nationale d'Ingénieurs de Tunis) pp. 254-257

[5] Nasri R , Conception et réalisation d'un adaptateur haute impédance programmable. Application à la caractérisation de liquides magnétiques, Thèse N 279 (Université Jean Monnet, Saint-Etienne, France 1994).

[6] Keithley, Low Level Measurements (Cleveland, Ohio USA 1984).

[7] Pugh J., Ryan J.T., Automated Digital Dielectric Measurements, *IEE Conf. publ.* **177** (1979) 404-407

[8] Pugh J., Dielectric Measurements Using Frequency Response Analysers, Conf. proc., 4th ICDMMA, Lancaster (1984) pp. 247-250.

[9] Hewlett Packard Company, HP 75000 Series B, User's Manual (USA, September 1990).
[10] Schamburg G., New Broadband Dielectric Spectrometers, Dielectric Newsletter (Novocontrol, Germany, 1994) pp. 8-12.
[11] Noyel G., Jorat L., Derriche O. and Huck J.. Dielectric Properties of Normal Supercooled Water Obtained in Alcohol/Water Mixtures, *IEEE Trans. Elec. Ins.* **27** (1992) 1136-1143.
[12] Debye P., Polar Molecules (Dover, New York 1929).
[13] Havriliak S. and Negami S., A Complex Plane Analysis of α Dispersion on Some Polymers Systems, *J. Polym. Sci. C.* **14** (1966) 99-117.
[14] Jorat L., Noyel G., and Huck J., Dielectric Study of Propylene Carbonate/Toluene Mixtures and Dipole Moment of Supercooled Propylene Carbonate, *IEEE Trans. Elec. Ins.* **26** (1991) 763-769.
[15] Jorat L., Propriétés électriques et diélectriques de liquides organiques sous refroidis jusqu'à leur température de transition vitreuse, Thèse N 22 (Université Jean Monnet, Saint Étienne, France 1987).
[16] Jorat L., Siblini A., Blanc-Mignon M. F. and Noyel G , Dielectric Anisotropy of the Magnetic Fluid Cobalt Ferrite in Dibutylphthalate, *IEEE Trans. Diel. Elec. Ins.* **1** (1994) 365-370.