

Spectroscopie micro-onde pour la mesure des charges d'espace à haute résolution spatiale dans les isolants en couche mince

Louiza Hamidouche

► To cite this version:

Louiza Hamidouche. Spectroscopie micro-onde pour la mesure des charges d'espace à haute résolution spatiale dans les isolants en couche mince. Electronique. Sorbonne Université, 2018. Français. NNT : 2018SORUS275 . tel-02868658v2

HAL Id: tel-02868658 https://theses.hal.science/tel-02868658v2

Submitted on 15 Jun2020

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.





THÈSE DE DOCTORAT DE SORBONNE UNIVERSITÉ

École doctorale : Informatique, Télécommunication et Électronique de Paris

réalisée au

Laboratoire de Physique et d'Étude des Matériaux

Présentée par

Louiza HAMIDOUCHE

Pour obtenir le grade de DOCTEUR DE SORBONNE UNIVERSITÉ ayant pour titre

Spectroscopie micro-onde pour la mesure des charges d'espace à haute résolution spatiale dans les isolants en couche mince

soutenue le 15 juin 2018 devant le jury composé de

M. Laurent Berquez	Professeur, LAPLACE, Toulouse	Rapporteur
M. Alain Sylvestre	Professeur, G2Elab, Grenoble	Rapporteur
Mme. Catherine Algani	Professeure, ESYCOM, Paris	Examinatrice
Mme. Hélène Roussel	Professeure, L2E, Paris	Examinatrice
M. Petru Notingher	Professeur, IES, Montpellier	Examinateur
M. Emmanuel Géron	HDR, LPEM, Paris	Directeur
M. Stéphane Holé	Professeur, LPEM, Paris	Encadrant



Remerciements

J'ai effectué ce travail au sein du groupe Instrumentation au Laboratoire de Physique et d'Étude des Matériau, unité mixte de recherche (UMR82) de l'Université Pierre et Marie Curie (UPMC) et l'École Supérieure de Physique et Chimie industrielle (ESPCI–Paris).

J'adresse mes plus vifs remerciements à mes deux encadrants Emmanuel Géron et Stéphane Holé pour tout leur soutien, leur patience, leur disponibilité et leur encouragement tout au long de ce travail.

Je remercie chaleureusement M. Alain Sylvestre et M. Laurent Berquez qui m'ont fait l'honneur d'être rapporteurs de ma thèse sans la moindre hésitation. Je remercie également M. Petru Nontingher, Mme. Catherine Algani et Mme Hélène Roussel d'avoir accepté d'examiner mon travail.

La bonne ambiance qui règne au sein du groupe Instrumentation a rendu ma thèse une expérience très agréable. Pour cela, je tiens à remercier chacun des membres permanents du groupe : Thierry Ditchi, Jérôme Lucas, Céline Filloy-Corbrian, Charlotte Tripon-Canseliet, Yacine Oussar, Christine Boué.

Mes sincères remerciements à mes collègues doctorants actuels et anciens : Sofia De Sousa Cotinho, Nathalie Morette, Lorenzo Beccacece, Anne Pennillard, Ibrahim Mohsen, Julien Haffner, Maria Merlàn, Binqin Mei, Basil Salamé, Anne-Charlotte Amiaud, Raphael Guffond et Rémi Feddéricci, pour m'avoir accompagnée sur ce bout de chemin et de qui je garderai toujours de très beaux souvenirs.

Un remerciement spécial à Mme Héla Dassi qui, pendant la période de son postdoc au LPEM, n'a pas hésité à me transmettre ses connaissances que ce soit sur le travail ou la vie du chercheur.

Je tiens à remercier le directeur du LPEM, M. Ricardo Lobo et le personnel administratif : Mme Marie-Claude Thème, Mme Sophie Domenchaux et M. Francis Cassagne.

Je ne manquerai pas de remercier également toute l'équipe administrative de la SAESPCI.

Je remercie très chaleureusement ma famille qui m'a apporté un soutien sans conditions pour aller jusqu'au bout de cette étape et qui sera toujours prête à le refaire dans l'avenir.

Enfin, je remercie toutes les personnes inspirantes que j'ai croisées sur mon chemin et dont l'exemple a éclairé ma voie.

Résumé

L'objectif de cette thèse est de proposer et de tester une nouvelle méthode pour la mesure des charges d'espace dans les isolants en couche mince avec une haute résolution spatiale. La méthode proposée est appelée Reflectométrie Électro-Acoustique ou en anglais *Electro-Acoustic Reflectometry (EAR)*.

La méthode *EAR* est basée sur le couplage électro-élastique de l'échantillon testé. L'excitation et la mesure sont électriques et se font dans le domaine fréquentiel. Une instrumentation micro-onde est employée pour des mesures à haute fréquence. Le principe de la mesure repose sur le fait que lorsque les charges sont excitées par un champ électrique appliqué, elles génèrent des ondes ultrasonores. L'énergie consommée par la génération de ces ondes produit une signature dans la réflexion par l'échantillon de l'excitation électrique. C'est cette signature qui est utilisée pour retrouver la distribution des charges d'espace par une simple transformée de Fourier inverse.

Un banc de mesure composé d'un analyseur de réseaux vectoriel, d'un porte-échantillon dédié et d'une interface d'acquisition a permis de tester la méthode EAR. Les résultats obtenus sont prometteurs. La résolution spatiale démontrée est de 1.2 µm en volume. Elle dépasse la meilleure résolution spatiale actuelle obtenue avec les méthodes ultrasonores conventionnelles existantes d'un facteur d'environ 10.

Pour améliorer encore la résolution spatiale de la méthode EAR, il est nécessaire d'augmenter la plage de fréquences de mesure. Une approche est proposée pour résoudre les problèmes rencontrés à haute fréquence.

Mot clés : Charges d'espace, couplage électro-élastique, PVDF, signal réfléchi, résonance élastique, résolution spatiale, capacité intrinsèque, filtre passe-bas, adaptation d'impédance.

Abstract

The objective of this thesis is to come up with and test a new method for the measurement of space charge in very thin insulating films with a high spatial resolution. The proposed method is called Electro-Acoustic Reflectometry (EAR) method.

The EAR method relies on the electro-elastic coupling of the sample under test. Both excitation and measurement are of electrical nature and are performed in frequency domain. A microwave setup is used for high frequency measurements. The measurement principle is the generation of ultasonic waves when space charge undergoes an applied electrical field. The energy that is used up in the generation of these waves leaves a feature in the reflection of the electrical excitation. It is this feature that is used to find the space charge distribution by a simple inverse Fourier transform.

A measurement setup comprising a vector network analyser, a dedicated sample holder and an acquistion interface allows to test the EAR method. The obtained results are promising. A bulk spatial resolution of 1.2 µm has been demonstrated. It exceeds the current best spatial resolution achieved by existing conventionnal ultrasonic methods by a factor of about 10.

To further enhance the spatiale resolution of the EAR method, it is necessary to broaden the measurement frequency range. An approach to deal with the problems occuring at high frequency is proposed.

Key words : Space charge, electro-elastic coupling, PVDF, reflected signal, elastic resonance, spatial resolution, intrinsic capacitance, low-pass filter, impedance matching.

Table des matières

R	emer	ciemer	nts	1
R	ésum	ıé		3
A	bstra	nct		4
Ta	able (des ma	tières	5
In	trod	uction	générale	9
1	Mat	tériaux	c diélectriques	13
	1.1	Applic	eations des diélectriques	14
	1.2	Dégra	dation des diélectriques	16
		1.2.1	Phénomènes de vieillissement	16
		1.2.2	Charges d'espace	18
		1.2.3	Types de charges d'espace	19
		1.2.4	Charges d'espace et champ électrique	20
	1.3	Métho	des de mesure des charges d'espace	21
	1.4	Résolu	ition spatiale	22
	1.5	Métho	des destructives	23
		1.5.1	Méthode de Etch-off	23
		1.5.2	Méthode des courants thermo-stimulés	24
	1.6	Métho	des non destructives indirectes	24
	1.7	Métho	des non destructives directes	26

		1.7.1	Mesure du potentiel de surface	27
		1.7.2	Microscopie à force atomique (AFM)	28
		1.7.3	Méthode du miroir	29
		1.7.4	Méthode thermique	30
		1.7.5	Méthodes élastiques	31
	1.8	Synthe	èse	34
2	Elec	ctro-A	coustic Reflectometry (EAR)	37
	2.1	Princi	pe de la méthode EAR	38
		2.1.1	Excitation avec la méthode EAR	39
		2.1.2	Mesure avec la méthode EAR	42
		2.1.3	Obtention de l'information avec la méthode EAR	43
	2.2	Notior	ns d'élasticité	44
		2.2.1	Contrainte mécanique	45
		2.2.2	Déplacement et déformation mécaniques	46
		2.2.3	Impédance acoustique	47
	2.3	Couple	age électro-mécanique	48
	2.4	Simula	ation d'un plan de charges	50
	2.5	Signal	électrique réfléchi	59
	2.6	Résun	né	62
3	Inst	rumen	tation et mesure	63
	3.1	Banc o	de mesure	64
		3.1.1	Instrument de mesure	64
		3.1.2	Porte échantillon	66
		3.1.3	Choix de l'échantillon test	66
	3.2	Mesur	es	69
	3.3	Distril	oution des charges d'espace	75
	3.4	Sensib	ilité de la méthode EAR	78
		3.4.1	Amélioration du RSB pour les méthodes élastiques	78
		3.4.2	Amélioration du RSB pour EAR	78
	3.5	Bilan		83

4	Con	Compensation de la capacité 83			85
	4.1	Influence de la capacité			86
	4.2	Simulation de l'adaptation d'impédance			90
	4.3	Système d'adaptation d'impédance			97
		4.3.1	Stub .		98
		4.3.2	Moteur .		98
		4.3.3	Système	mécanique	99
		4.3.4	Carte éle	ectronique	99
	4.4	Caract	térisation	du stub	101
	4.5	Mesures			101
	4.6	Synthe	èse		105
Co	nclu	ision e	t perspe	rtives 1	07
	JIICIU		t perspe		.01
Bi	Bibliographie 113				
Aı	nnex	es		1	.21
Aı	nnex Ann	es exe A		1	. 21 122
Aı	nnex Ann Ann	es exe A exe B		1 	. 21 122 124
Aı	Ann Ann Ann	es exe A exe B B.1		1	. 21 122 124 124
Aı	Ann Ann Ann	es exe A exe B B.1	 Hypothè B.1.1	1	. 21 122 124 124 124
Aı	Ann Ann Ann	es exe A exe B B.1		1	21 122 124 124 124 124
Aı	Ann Ann Ann	es exe A exe B B.1		1	. 21 122 124 124 124 125 125
Aı	Ann Ann Ann	es exe A B.1 B.2		1 1 <t< td=""><td>.21 122 124 124 124 125 125 126 127</td></t<>	. 21 122 124 124 124 125 125 126 127
Aı	Ann Ann Ann	es exe A exe B B.1 B.2		1	. 21 122 124 124 124 125 126 127
Aı	Ann Ann	es exe A exe B B.1 B.2		1 \dots	.21 122 124 124 124 125 126 127 127 129
Aı	Ann Ann	es exe A exe B B.1 B.2		1 \dots	. 21 122 124 124 124 125 126 127 127 127 129 130
Aı	Ann Ann	es exe A exe B B.1 B.2	Hypothè B.1.1 B.1.2 B.1.3 Couplag B.2.1 B.2.2 B.2.3 B.2.4	1	. 21 122 124 124 125 126 127 127 127 129 130 131
Aı	Ann Ann	es exe A exe B B.1 B.2	Hypothè B.1.1 B.1.2 B.1.3 Couplag B.2.1 B.2.2 B.2.3 B.2.4 B.2.5	1 x	.21 122 124 124 125 126 127 127 129 130 131 133

	B.2.7	Interface rigide/libre	36
Annexe C			39
Annexe D			41

Introduction générale

L'histoire des matériaux diélectriques a commencé dans l'antiquité avec la découverte de l'électrostatique. L'électrostatique fut observée avec l'ambre qui, une fois frotté, pouvait attirer de petits objets [1]. Cela a été rapporté dans l'ancien testament et le terme elektron fut inventé par les grecs d'abord pour désigner l'ambre. Aujourd'hui, l'électron doit son appellation à ce terme. Avec l'invention de l'électricité, les scientifiques ont classé les matériaux en trois catégories selon leur capacité à conduire le courant électrique : conducteurs, semi-conducteurs et isolants ou diélectriques. Michael Faraday s'est penché sur l'étude des isolants notamment pour déterminer l'effet du champ électrique et a utilisé le terme « diélectrique » pour la première fois en 1839 pour désigner ces matériaux [2].

On trouve beaucoup de matériaux diélectriques dans la nature comme le mica, le coton et le caoutchouc. Cependant les plus utilisés sont ceux issus de la synthèse industrielle et sont appelés matériaux polymères dont le premier a été synthétisé aux environs de 1910 [3]. Les processus de synthèse ont été vite maîtrisés et les polymères synthétisés se sont multipliés. Actuellement, l'industrie des polymères est en pleine croissance pour répondre aux besoins, entre autres, de l'électrotechnique et de l'électronique, où ces matériaux sont essentiellement utilisés pour l'isolation électrique.

La transition énergétique des énergies fossiles vers les énergies renouvelables dans le monde est en plein essor. Pour des considérations écologiques, les énergies polluantes doivent être remplacées par des énergies propres telles que les énergies éolienne, solaire ou encore hydraulique. Le transport de l'énergie électrique à partir des multiples stations de génération vers les points de distribution devient un point crucial. Sur de longues distances, le régime alternatif n'est pas adéquat en raison des pertes sous forme d'énergie réactive. C'est pourquoi la haute tension continue (HVDC) est plus appropriée. L'autre avantage de la HVDC est que les problèmes de synchronisation entre stations mais aussi pour les liaisons internationales et inter-continentales ne se posent plus. Pour cela, des conversions de l'alternatif vers le continu (AC/DC) pour le transport et du continu vers l'alternatif (DC/AC) pour la distribution sont effectuées. Ainsi, outre les câbles et les équipements de connectique, l'électronique intégrée des convertisseurs fonctionne alors sous de forts champs électriques soumettant alors les matériaux isolants à de fortes contraintes.

Les matériaux isolants ne sont cependant pas parfaits et ne peuvent garantir infiniment longtemps leurs caractéristiques. Une estimation de la durée de vie du matériau isolant est faite en se basant sur son vieillissement. Plusieurs facteurs contribuent aux phénomènes de vieillissement comme les contraintes thermiques, électriques, mécaniques, et également la présence de charges d'espace. En effet, quand un isolant est mis sous tension sur de longues périodes, des charges peuvent être injectées à partir des électrodes, migrer dans le matériau et s'y stocker durablement. Ce sont les charges d'espace. Les isolants présentent une structure hétérogène au niveau moléculaire et incluent de nombreux additifs chimiques voire des inclusions macroscopiques pour affiner leurs propriétés, cela forme de nombreux pièges pour les charges. Elles s'accumulent avec le temps et créent un champ électrique interne qui s'ajoute au champ appliqué. Cela produit une distorsion du champ qui augmente le champ total dans certaines parties du matériau et donc accélère son vieillissement, ce qui peut conduire au claquage.

Dans les conditions de fonctionnement de la *HVDC*, des charges s'injectent facilement dans les films isolants présents dans l'électronique intégrées et dont l'épaisseur ne dépasse généralement pas le micromètre. Ainsi, il est nécessaire de caractériser ces films en mesurant les charges d'espace qui y sont piégées et leurs évolutions au cours du temps.

La mesure des charges d'espace dans les isolants est un domaine qui, depuis plus de quarante ans, suscite l'intérêt à la fois des chercheurs et des industriels. Les différents travaux de recherche menés dans ce domaine ont abouti à plusieurs méthodes de mesure. Les méthodes non-destructives sont les plus privilégiées comme la méthode thermique, la méthode de l'onde de pression (PWP) et la méthode électro-acoustique pulsée (PEA). Le choix d'une méthode par rapport à une autre dépend du diélectrique à caractériser. Le paramètre essentiel à considérer lors de ce choix est la résolution spatiale et la sensibilité qui diffèrent d'une méthode à l'autre et qui constitue un critère de performance. La méthode thermique est mieux adaptée pour la mesure aux interfaces, tandis que la PEA se prête bien aux échantillons d'épaisseur allant jusqu'au millimètre et la PWP pour des échantillons d'épaisseur au delà du millimètre. Bien entendu, il reste tout à fait possible d'utiliser n'importe laquelle de ces méthodes quelle que soit l'épaisseur de l'échantillon.

La résolution spatiale nécessaire pour étudier les charges d'espace dans les films minces nécessite une haute résolution spatiale. Or, l'instrumentation des méthodes non-destructives actuelles imposent de nombreuses limitations. Par conséquent, aucune de ces méthodes ne peut être appliquée pour détecter les charges d'espace dans ces films. Quant aux méthodes destructives [4], même si elles permettent d'aller à la résolution nécessaire, leur handicap est la destruction totale de l'échantillon à la fin du test, ce qui empêche le suivi de l'évolution de la distribution des charges d'espace à l'intérieur de l'échantillon au cours du temps.

Ainsi, la problématique qui se pose est de mesurer la distribution des charges d'espace avec une résolution spatiale suffisante, c'est-à-dire meilleure que le micromètre, sans détruire l'échantillon pour pouvoir caractériser l'évolution des charges dans les films en couche mince. Dans ce mémoire, une nouvelle méthode de mesure qui répond à cette problématique est proposée et étudiée. Elle est dénommée méthode de réfractométrie électro-acoustique, soit en anglais, *Electro-Acoustic Reflectometry (EAR)*. Elle exploite le transfert d'énergie par couplage électro-élastique et utilise des principes et une instrumentation hyperfréquence pour mesurer le signal porteur d'information sur les charges d'espace.

Dans le premier chapitre de ce mémoire, un aperçu de la place qu'occupe les matériaux diélectriques dans différentes applications est d'abord donné, en particulier, en électronique et électrotechnique. Les problèmes rencontrés avec les diélectriques dans les fonctions d'isolation et de stockage, notamment, dus aux charges d'espace sont exposés et montrent la nécessité d'effectuer des mesures. Les méthodes de mesure non-destructives sont présentées et leurs principes de fonctionnement sont brièvement expliqués. Ce chapitre se termine par les limitations de ces méthodes faces aux besoins émergeants. La nécessité de développer de nouvelles méthodes pour satisfaire ce besoin est alors mise en évidence.

Dans le deuxième chapitre, les principes théoriques de la méthode EAR sont formulés. Le signal généré par couplage électro-élastique est exprimé en partant des équations d'état décrivant l'équilibre électro-élastique dans l'isolant. Les résultats de simulation obtenus par cette approche sont présentés.

Dans le troisième chapitre, un système de mesure est présenté ainsi que les résultats de tests préliminaires sur un échantillon piézoélectrique. La reconstruction du signal temporel qui permet de remonter à la distribution des charges d'espace est abordée. La sensibilité de la méthode EAR est étudiée afin de la situer par rapport aux performances des méthodes existantes.

Dans le dernier chapitre, une solution pour tenter de contourner certains problèmes liés au système de mesure identifiés lors des tests préliminaires est proposée. L'approche est d'abord vérifiée par simulation puis mise en œuvre pour valider le concept.

Enfin, une conclusion générale et des perspectives clôturent ce mémoire.

Chapitre 1

Matériaux diélectriques

Sommaire

1.1	Applications des diélectriques 14			
1.2	2 Dégradation des diélectriques			
	1.2.1	Phénomènes de vieillissement	16	
	1.2.2	Charges d'espace	18	
	1.2.3	Types de charges d'espace	19	
	1.2.4	Charges d'espace et champ électrique	20	
1.3	Mét	hodes de mesure des charges d'espace	21	
1.4	Réso	olution spatiale	22	
1.5	Mét	hodes destructives	23	
	1.5.1	Méthode de Etch-off	23	
	1.5.2	Méthode des courants thermo-stimulés	24	
1.6	Mét	hodes non destructives indirectes	24	
1.7	Mét	hodes non destructives directes	26	
	1.7.1	Mesure du potentiel de surface	27	
	1.7.2	Microscopie à force atomique (AFM)	28	
	1.7.3	Méthode du miroir	29	
	1.7.4	Méthode thermique	30	
	1.7.5	Méthodes élastiques	31	
1.8	Synt	hèse	34	

1.1 Applications des diélectriques

Les matériaux diélectriques sont par définition des matériaux qui s'opposent au passage du courant électrique. Cette propriété s'explique par le modèle des bandes d'énergie. La différence d'énergies entre la bande de valence et la bande de conduction du matériau est si importante qu'il faut apporter une quantité colossale d'énergie pour faire passer un électron de la bande de valence à la bande de conduction. Ainsi à la température ordinaire, il y a tellement peu d'électrons dans la bande de conduction que la conductivité du matériau est quasiment nulle.

Certains diélectriques sont connus de l'homme depuis la nuit des temps comme les matériaux diélectriques naturels minéraux tels que le verre et la céramique ou organiques tel que le papier, le caoutchouc, le coton et la soie. D'autres matériaux diélectriques ont vu le jour avec l'avancée scientifique et l'apparition de l'industrie chimique dont les procédés ont vite été maîtrisés. Il s'agit des matériaux synthétiques qui sont des polymères ou des matériaux basés sur les polymères. En effet, depuis leur invention, ils deviennent omniprésents dans presque tous les secteurs de l'industrie et la demande mondiale ne cesse de croitre d'année en année. La part de l'électronique et l'électrotechnique (EE) est non négligeable comme le montre la Figure 1.1 [5].



FIGURE 1.1 – Demande européenne sur les matériaux polymères répartie sur différents secteurs d'activité en 2016 [5].

Les matériaux diélectriques sont notamment caractérisés par leur rigidité diélectrique qui représente le champ électrique maximal que le matériau peut supporter. La rigidité diélectrique est parfois appelée champ disruptif ou champ de rupture diélectrique. Quand ce niveau de champ est atteint, un arc électrique se déclenche à travers le matériau diélectrique qui est par conséquent détruit. La tension qui produit ce champ est appelée tension de claquage. Une liste non exhaustive de matériaux diélectriques avec leur champ de claquage est donnée dans le Tableau 1.1.

Diélectrique	Rigidité diélectrique [kV/mm]
Air	3
Azote liquide	28
SF6	8
Huiles minérales	20
Papier imprégné à l'huile	100
Verre	7
Caoutchouc	20 à 30
PVC	10 à 60
PE, PR	20 à 30
EPR	35 à 40
Silicone	15 à 20
PP	20 à 26
PC	15
PET	32
PTFE	20 à 70
PEN	160

TABLE 1.1 – Exemples de valeurs de la rigidité diélectrique [6].

Les matériaux diélectriques sont utilisés dans presque tous les domaines grâce à leurs caractéristiques électriques, thermiques et mécaniques. Pour chaque application (voir Figure 1.2), un compromis est recherché entre propriétés et coût.

En électrotechnique, les matériaux diélectriques sont employés principalement pour assurer un rôle d'isolation électrique par exemple dans le transport de l'énergie électrique et les réseaux de distribution. Le terme isolant se substitue ainsi à celui de diélectrique. On trouve du polychlorure de vinyle (PVC) et du caoutchouc dans les câbles à basse tension, du polyéthylène (PE) dans les câbles à haute et moyenne tensions, du polyéthylène réticulé dans les câbles à très haute tension [7]. Pour les machines tournantes, le polyuréthane (PU), le polyimide (PI) et le polyamide (PA) sont généralement employés. Par ailleurs, dans les transformateurs, des huiles minérales [8] sont utilisées pour assurer à la fois l'isolation électrique et la conduction thermique. Des huiles végétales sont actuellement étudiées pour remplacer les huiles minérales [9, 10, 11, 12, 13, 14, 15].

En électronique, en plus de l'isolation électrique, c'est la fonction de stockage d'énergie que les diélectriques remplissent. On les trouve dans les condensateurs [16] et les transistors à effet de champ qui sont les unités de base des mémoires et des processeurs. Pour les



FIGURE 1.2 – Diélectriques en électrotechnique. (a) Module à IGBT (Isolated Gate Bipolar Transistor). (b) Câble HVDC.

condensateurs, le polypropylène (PP), le polyéthylène naphtalate (PEN) et le polyéthylène téréphtalate (PET) sont très utilisés. En microélectronique, ce sont plutôt des oxydes qui sont employés comme l'isolant de grille des transistors MOS, par exemple de la silice (SiO_2) pour des raisons de facilité de croissance sur silicium [17].

Les isolants sont aussi utilisés pour les substrats des circuits imprimés, le polyimide (PI) dans l'électronique de puissance en raison de ses qualités thermiques et le polyéthylène téréphtalate (PET) dans l'électronique simple. Dans le spatial, les diélectriques sont employés pour l'isolation thermique des satellites en orbite. Des feuilles très minces de matériaux plastiques aluminisés comme le Mylar et le polyimide constituent cette protection. Les oxydes sont aussi employés sur les panneaux solaires des satellites [18].

1.2 Dégradation des diélectriques

Chaque application nécessite des matériaux de caractéristiques spécifiques qui contraignent le choix du matériau diélectrique. Cependant les différentes contraintes liées à l'application (contraintes mécaniques, électriques, thermiques) et d'autres contraintes liées à l'environnement (humidité, radiation) limitent la durée de vie des matériaux isolants.

1.2.1 Phénomènes de vieillissement

Le vieillissement est la dégradation des propriétés du matériau isolant sous l'effet de différentes contraintes qui affectent sa performance dans sa fonction d'isolation électrique. En effet, le vieillissement altère les structures physiques et chimiques de l'isolant de façon irréversible [19]. Le processus de vieillissement est lent. Il dure plusieurs mois, voire plusieurs années, et peut conduire à la défaillance totale du matériau par claquage. Le vieillissement peut être interne, c'est-à-dire dû à une instabilité propre au matériau, ou externe, c'est-à-dire dû aux différentes contraintes d'opération et d'environnement comme les contraintes mécaniques, électriques, thermiques ou encore l'humidité, la migration d'impuretés et l'exposition aux radiations. Ces phénomènes dépendent de l'application considérée et n'agissent pas de façon indépendante. La difficulté à caractériser les phénomènes de vieillissement provient de leur interdépendances d'une part et de la complexité des matériaux isolants d'autre part. Cependant, la caractérisation du vieillissement reste indispensable pour prédire correctement la durée de vie d'un matériau isolant et mettre fin à son service avant qu'une rupture diélectrique ne se produise. C'est le problème auquel les diélectriciens s'intéressent. Dans la littérature on peut trouver plusieurs théories décrivant le vieillissement [20, 21, 22, 23, 24] qui donnent un scénario standard allant du vieillissement au claquage.



FIGURE 1.3 – Scénario de vieillissement électrique [7].

Tel que montré sur la Figure 1.3, le vieillissement lors de l'application d'un champ électrique a pour effet de mettre le matériau dans des états successifs conduisant *in fine* à la rupture [25, 26]. En effet, un matériau isolant n'est jamais parfait, il contient des microcavités générées lors de sa fabrication [27]. Le seuil de rupture du gaz dans les microcavités est inférieur à celui dans l'isolant. Sous un champ appliqué, si la microcavité est suffisamment grande une décharge partielle se produit. On l'appelle ainsi car elle se produit localement et ne court-circuite pas l'ensemble de l'isolant. La décharge partielle ne se propage pas car, soit elle est bloquée par la rigidité du matériau autour de la cavité, soit le champ électrique n'est pas suffisamment élevé. Deux conditions favorisent l'apparition de décharges partielles : d'une part, une différence de permittivités entre le gaz dans la cavité et l'isolant autour, d'autre part, la présence d'un électron initial dans la cavité et qui déclenche la décharge. Les décharges partielles provoquent l'érosion des parois de la cavité et sa croissance. La croissance des cavités conduit à la formation d'arborescences électriques qui sont des structures filamentaires creuses sous forme de branches qui s'étendent sur des distances importantes dans le volume du matériau [28]. L'arborescence électrique est la dernière étape dans le processus de vieillissement avant la rupture [8].

Si les microcavités n'existent pas initialement dans l'isolant, elles peuvent être le résultat des contraintes électromécaniques auxquelles l'isolant est soumis. En effet, l'application d'un champ électrique induit une déformation mécanique due à une force électrostatique de compression [29, 30, 31]. Cette force est le résultat de l'attraction mutuelle des électrodes, l'épaisseur diminue et le champ appliqué se trouve renforcé. À l'échelle microscopique, les liaisons moléculaires les plus faibles peuvent rompre favorisant, ainsi, la formation et la croissance des microcavités. Des travaux de recherche ont permis d'établir le lien entre cette déformation induite et la formation des microcavités dans l'isolant [32, 33].

Les charges d'espace jouent un rôle important dans le vieillissement électrique. D'une part, la présence de charges d'espace dans le volume de l'isolant produit un champ électrique local qui induit à son tour une contrainte mécanique locale [34, 35, 36, 37]. Cette contrainte mécanique locale a pour résultat de casser des liaisons moléculaires et d'entrainer la formation des microcavités. D'autre part, les électrons déclencheurs d'une décharge partielle proviennent souvent des charges d'espace piégées à l'interface entre l'isolant et la microcavité. C'est la raison pour laquelle les charges d'espace sont de plus en plus prises en compte dans les modèles de vieillissement [38].

1.2.2 Charges d'espace

Un isolant parfait est un isolant sans impuretés, mais de tels isolants n'existent pas. Les impuretés sont intrinsèques au processus de fabrication [27, 39]. En effet, pour renforcer les propriétés mécaniques ou thermiques de l'isolant, notamment les polymères, des additifs (agents chimiques) sont ajoutés lors de la synthèse [40]. Par exemple, pour rendre l'isolant plus résistant à l'humidité, des agents antioxydants sont ajoutés, et pour améliorer la tenue mécanique, des agents de réticulation sont employés. Les résidus de ces additifs deviennent alors des impuretés. Ainsi quand l'isolant est soumis à de fortes contraintes (électriques, thermiques, mécaniques, irradiations), un excès de charges apparait dans certaines régions. Quelle que soit l'origine de ces charges, elles sont piégées dans les impuretés [41]. L'ensemble de ces charges piégées (positives et négatives) est appelé charges d'espace.

1.2.3 Types de charges d'espace

On peut classer les charges d'espace selon leurs sources [42] en deux catégories : selon qu'elles sont générées à l'intérieur du matériau (charges intrinsèques) ou qu'elles proviennent de sources externes au matériau (charges extrinsèques) [6].

Les charges intrinsèques sont des charges électroniques ou ioniques qui proviennent de l'électro-dissociation des espèces neutres du point de vue électrique sous l'effet du champ électrique, soit des molécules de l'isolant soit de celles des additifs, pour donner des espèces chargées. La génération de paires chargées peut aussi être l'effet du rayonnement sur l'isolant. Les dipôles sont aussi considérées comme produisant une charge d'espace intrinsèque.

Les charges extrinsèques sont des porteurs ioniques produits d'impureté ou des porteurs électroniques injectés des électrodes sous un champ électrique élevé [43]. Des électrons sont injectés depuis la cathode et des trous depuis l'anode. Les électrons peuvent franchir la barrière de potentiel à l'interface métal-isolant par deux mécanismes principaux, le mécanisme de Schottky où les électrons passent au dessus de la barrière de potentiel par activation thermique et le mécanisme de Fowler Nordheim où les électrons passent à travers la barrière par effet tunnel. À noter que l'injection d'une espèce est équivalente à l'extraction de l'espèce contraire. Les électrons peuvent aussi provenir des décharges électriques dans les dispositifs électriques.

Si les électrodes sont connectées en circuit fermé, des charges appelées charges images apparaissent sur les électrodes en réponse à la formation de charges d'espace dans le volume du matériau. Les charges d'espace se déplacent sur de petites distances et se trouvent confinées dans les pièges formés par les impuretés. L'accumulation de ces charges piégées avec le temps crée un champ interne qui s'ajoute au champ appliqué et qui peut accélérer le vieillissement ou conduire à la rupture diélectrique. Les différentes charges sont illustrées par la Figure 1.4.



FIGURE 1.4 – Origines des charges d'espace.

1.2.4 Charges d'espace et champ électrique

Pour expliquer comment les charges d'espace produisent la distorsion du champ électrique, on considère un film isolant d'épaisseur *d* entre deux électrodes comme illustré sur la Figure 1.5. On s'intéresse à la distribution des charges d'espace le long de l'épaisseur du film en supposant un problème unidimensionnel uniforme. On distingue deux cas de figure : le cas des homocharges et le cas des hétérocharges. Les charges sont considérées comme des homocharges si elles sont de même signe que les charges présentes sur l'électrode adjacente et comme hétérocharges si elles sont de signe opposé.

Comme montré sur la Figure 1.5(a), s'il n'y a pas de charges d'espace dans le film isolant, le champ électrique est uniforme partout dans le film. Il est donné par la relation E = -V/d. Si on considère maintenant deux plans de charges adjacents à chaque électrode, le champ électrique produit par les charges sans tension appliquée est montré sur la Figure 1.5(b). Il peut être obtenu avec l'équation de Poisson $\vec{\nabla} \cdot \vec{E}(x) = \rho(x)/\epsilon$. Il est à noter que puisque la tension qui en résulte est nulle, l'intégrale du champ électrique est nulle. Ainsi le champ électrique moyen est nul. Si on ajoute une tension sur les électrodes, le champ électrique total est le champ dû aux charges d'espace sans tension appliquée auquel s'ajoute le champ créé par la tension appliquée. On constate que les homocharges ont pour effet de diminuer le champ électrique aux interfaces et de l'augmenter dans le volume (Figure 1.5(c)) tandis que les hétérocharges augmentent le champ aux interfaces et le réduisent dans le volume (Figure 1.5(d)).



FIGURE 1.5 – Effet des charges d'espace sur le champ électrique. (a) À l'application d'une tension en l'absence de charges d'espace, le champ électrique est uniforme. (b) Champ créé par des charges d'espace injectées dans le matériau. (c) Les homocharges augmentent le champ dans le volume et réduisent le champ aux l'interfaces. (d) Les hétérocharges augmentent le champ aux interfaces et le réduisent dans volume.

1.3 Méthodes de mesure des charges d'espace

La mesure des charges d'espace est un sujet qui intéresse les chercheurs et les industriels depuis plus de quarante années [44, 45]. Connaître la distribution des charges d'espace dans l'isolant permet de prédire le comportement de l'isolant quand il est soumis à une contrainte électrique et de bien estimer sa durée de vie [38]. Ainsi pour assurer la fiabilité des systèmes électriques et électroniques, la connaissance de cette information est indispensable. Pour cela, plusieurs méthodes ont été inventées et utilisées au cours de ces années pour déterminer la distribution spatiale des charges et son évolution au cours du temps. La méthode de mesure doit permettre de sonder la quantité de charges en profondeur dans le volume du matériau avec une résolution spatiale suffisante. La résolution spatiale est un paramètre clé dans le choix du type de mesure pour un échantillon donné. On peut classifier les méthodes existantes dans trois catégories principales, les méthodes destructives, les méthodes non destructives indirectes et les méthodes non destructives directes. La différence entre les deux dernières étant la nécessité d'un modèle du comportement électrique du matériau testé pour les méthodes indirectes et pas pour les méthodes directes.



FIGURE 1.6 – Résolution spatiale. (a) Pour un plan de charges. (b) Pour deux plans de charges avec une résolution spatiale suffisante. (c) Pour deux plans de charges avec une résolution spatiale insuffisante.

1.4 Résolution spatiale

La résolution spatiale (ou le pouvoir de résolution) peut être défini comme la plus petite distance qui permet de distinguer deux charges. Comme illustré sur la Figure 1.6, si la distance qui sépare deux plans de charges est plus grande que la résolution spatiale de la méthode choisie, on distingue bien les signatures de ces deux plans sur le signal mesuré, tandis que si la distance qui les sépare est inférieure à la résolution spatiale, les charges sont complètement confondues dans le signal mesuré. Cependant, dans la littérature [44, 46],

la définition de la résolution n'est pas la même pour toutes les méthodes de mesure car elle dépend de plusieurs paramètres comme la forme de l'excitation, les propriétés acoustiques du matériau sondé et les traitements du signal effectués après la mesure [47, 48]. On trouve dans [49] deux définitions indépendantes de ces paramètres : la résolution de positionnement et la résolution de discernement. La résolution de positionnement est le pouvoir de distinguer deux positions du même plan de charges. Elle est définie par le plus petit déplacement de la charge entre deux mesures et qui modifie le signal d'une amplitude équivalente au niveau du bruit. La résolution de discernement est le pouvoir de distinguer deux charges qui sont très proches l'une de l'autre. Elle est définie comme la plus petite distance entre deux charges identiques qui produisent un signal différent du niveau de bruit de celui produit par une seule charge d'amplitude double à une position intermédiaire. La résolution dépend aussi du signal d'excitation et du rapport signal sur bruit. La résolution spatiale selon ses définitions est la résolution ultime, c'est à dire pour un rapport signal sur bruit de 1.

1.5 Méthodes destructives

Dans cette catégorie de méthodes, soit c'est l'échantillon qui est détruit à la fin du test soit c'est l'état des charges d'espace à l'intérieur de l'échantillon. Dans les deux cas de figure, il est impossible de suivre l'évolution de la distribution des charges d'espace au cours du temps.

1.5.1 Méthode de Etch-off

Dans les années soixante, le matériau testé était découpé en tranches fines et la quantité de charges contenues dans chaque tranche était mesurée [4]. La distribution des charges était reconstruite en projetant sur un graphe la mesure obtenue pour chaque tranche à la position qui lui correspondait. À la fin du test, l'échantillon est complètement détruit, c'est pourquoi cette méthode est considérée comme destructive. Il n'est possible de faire le test avec cette méthode sur le même échantillon qu'une seule fois. C'est le défaut majeur de cette méthode car il empêche de suivre l'évolution temporelle des charges d'espace dans l'échantillon. Cependant, cette méthode existe encore sous le nom de *Etch-off method* (voir la Figure 1.7) mais l'outil de coupe est remplacé par une attaque chimique. Elle continue à être utilisée notamment pour les échantillons très fins en raison de sa résolution spatiale élevée qui est de l'ordre du nanomètre.



FIGURE 1.7 – Principe de la méthode Etch-off. (a) Le potentiel de surface initial est mesuré. (b) Une attaque chimique est appliquée pour enlever une couche du matériau avec les charges qu'elle contient. (c) Le nouveau potentiel de surface est mesuré.

1.5.2 Méthode des courants thermo-stimulés

Cette méthode est basée sur l'effet de l'énergie d'activation thermique kT. Elle a été inventée en 1970 [50, 51, 52]. L'isolant sous test est dans un premier temps amené à une température T_i . Ensuite un champ électrique continu lui est appliqué pour orienter ses dipôles ou piéger des charges, puis la température est abaissée à T_f pour figer l'état des charges et la contrainte électrique est enlevée (Figure 1.8). Cette phase est appelée processus de conditionnement. Dans la phase qui suit, appelée processus de dépolarisation, la température est linéairement augmentée. Ainsi, l'énergie d'activation thermique augmente progressivement et libère des charges ou relaxe des dipôles piégés de plus en plus profondément. On obtient alors une image de la distribution énergétique des pièges. Il est possible de faire cette mesure sous contrainte électrique, on parle alors de deux composantes : de conduction et de dépolarisation. Si les courants mesurés permettent de remonter au niveau des pièges des charges, il n'est pas possible de déterminer leurs positions dans le matériau. Cette méthode est classée dans les méthodes destructives car à l'issue de la mesure, toutes les charges, ou une grande partie du moins, ont disparu du matériau. Il n'est donc pas possible de refaire la mesure. Contrairement à la méthode *Etch-off*, ce n'est pas l'échantillon qui est détruit mais l'information qu'il contient.

1.6 Méthodes non destructives indirectes

Avec cette catégorie de méthodes, l'échantillon n'est pas détruit à la fin du test mais la distribution de charges n'est pas directement obtenue. Le signal mesuré est une grandeur électrique qui permet de remonter à la quantité de charges qui l'a généré à partir d'un



FIGURE 1.8 – Principe de la mesure des courants thermo-stimulés. (a) Conditionnement avec champ appliqué et refroidissement. (b) Mesure de courant sans contrainte et avec élévation de la température.

modèle de comportement électrique. Il est donc nécessaire de supposer un comportement pour retrouver la distribution des charges.

La méthode C-V [53] consiste à mesurer la capacité différentielle de l'échantillon en fonction de la variation de la tension qui lui est appliquée. Son principe est illustré sur la Figure 1.9. Des modèles de comportement sont ensuite utilisés afin d'extraire des mesures, les paramètres d'intérêt notamment la distribution de charges et le potentiel de contact. Cette méthode a été développée vers 1960, et demeure très utilisée en microélectronique pour le contrôle des structures réalisées [54, 55, 56, 57].



FIGURE 1.9 – Principe de la méthode C-V. (a) La tension est contrôlée et la capacité différentielle C_0 est mesurée en fonction de la variation ΔV . (b) Courbe de la mesure à partir de laquelle la quantité de charges est déduite.

La méthode I-V (Figure 1.10) est similaire à la méthode C-V. Le courant qui traverse l'échantillon est mesuré en fonction de la tension de polarisation appliquée.



FIGURE 1.10 – Principe de la méthode I-V. (a) Le courant traversant le matériau est mesuré en fonction de la tension de polarisation. (b) Courbe I-V typique d'une jonction p-n.

Les méthodes I-V et C-V sont simples à mettre en œuvre mais le traitement du signal mesuré nécessite la connaissance du modèle de comportement électrique de l'échantillon. En outre, étant donné que la tension appliquée est un paramètre de la mesure, l'échantillon ne peut pas être testé en conditions réelles de fonctionnement. Ces méthodes sont par ailleurs principalement utilisées pour le contrôle des structures semi-conductrices car des charges mobiles sont nécessaires pour avoir des informations en profondeur. Elles ne sont donc pas propices à l'étude de la distribution des charges d'espace dans les isolants ni dans les nouveaux matériaux pour lesquels un modèle de comportement n'est pas établi.

1.7 Méthodes non destructives directes

La toute première méthode de mesure non destructive directe des distributions de charges, la méthode thermique, fut inventée en 1970 [50, 58]. Cependant, elle n'avait pas pour objectif de mesurer les charges d'espace mais plutôt de vérifier l'uniformité de la polarisation des films pyroélectriques. Il a fallu attendre 1976 [59, 60, 61] pour qu'elle soit appliquée pour déterminer la distribution spatiale des charges. Les méthodes qui ont été inventées par la suite furent toutes inspirées de cette méthode. Aujourd'hui, les méthodes non destructives les plus utilisées pour la mesure des charges d'espace sont regroupées dans deux familles selon les phénomènes mis en jeu : la méthode thermique qui utilise une diffusion et les méthodes élastiques qui utilisent une propagation. L'information sur les charges



FIGURE 1.11 – Principe de mesure du potentiel de surface. Une sonde avec une électrode vibrante balaie la surface de l'échantillon. La tension appliquée à cette électrode est ajustée jusqu'à avoir un courant nul entre l'électrode et la surface.

d'espace obtenue par ces méthodes est la même [62], seule l'implémentation est différente, ce qui permet de s'adapter aux échantillons étudiés.

La distribution des charges d'espace peut être aussi déduite de méthodes qui ne sont pas dédiées à la base à la mesure des charge d'espace. En effet, la charge d'espace contribue aux forces électrostatiques présentes dans les matériaux, aux courants de conduction et aux potentiels de surface.

1.7.1 Mesure du potentiel de surface

Cette méthode est apparue en 1970 et est encore utilisée pour la caractérisation des isolants [63]. Elle consiste à placer à quelques millimètres au dessus de la surface de l'échantillon sous test une sonde électrostatique pour mesurer le potentiel de surface. Cette sonde est généralement composée d'une électrode vibrante soumise à un potentiel (Figure 1.11). Si le potentiel de l'électrode est différent du potentiel de surface de l'échantillon en regard, alors la vibration de l'électrode produit un courant. Le potentiel de l'électrode est alors ajusté jusqu'à annuler le courant induit et correspond ainsi au potentiel de surface de l'échantillons dont l'épaisseur va de quelques centaines de nanomètres à quelques millimètres. L'information sur l'évolution des charges d'espace est obtenue à partir du potentiel mesuré.

1.7.2 Microscopie à force atomique (AFM)

La technique Atomic Force Microscopy (AFM) a été rendue possible par l'invention du microscope à effet tunnel en 1981. Elle fait partie d'un groupe de méthodes dénommé microscopie en champ proche (Scanning Probe Microscopy, SPM). Elle exploite l'interaction entre une sonde et la surface de l'échantillon sous test, pour arriver à une topographie de la surface avec des informations sur ses propriétés. Les forces d'interaction ont différentes portées, ce qui permet de réaliser des microscopies différentes. Le principe général est d'utiliser une pointe aussi fine que possible fixée sur un bras de levier (en silicium ou nitrure de silicium). Quand cette pointe est approchée de la surface de l'échantillon, les forces qu'elle subit fléchissent le bras de levier comme illustré sur la Figure 1.12. Ainsi, la mesure de la déflexion du bras de levier renseigne directement sur les forces subies par la pointe. Généralement, un laser et une photodiode à quatre cadrans sont utilisés pour déterminer la réaction du bras de levier. Des courbes d'approche/retrait sont employées pour déterminer les types de forces qui agissent sur la pointe. Pour mesurer le potentiel de surface avec l'AFM, la pointe est mise en oscillation et une tension lui est appliquée. Cette tension appliquée contient deux composantes, une composante continue et une composante alternative à la fréquence de résonance de la pointe. Quand la pointe s'approche de la surface, la différence de potentiel entre la pointe et la surface s'ajoute à la tension appliquée sur la pointe.



FIGURE 1.12 – Principe de la méthode AFM. La pointe est approchée de la surface de l'échantillon, les forces électrostatiques dues aux charges d'espace fléchissent le bras de levier. Un faisceau Laser permet de mesurer la déflexion et ainsi remonter à la quantité de charges.

Il existe deux variantes de l'AFM pour la mesure du potentiel de surface : la microscopie à force électrostatique (EFM) et la microscopie à force de Kelvin (KPFM). Les propriétés



FIGURE 1.13 – Principe de la méthode miroir. Le faisceau d'électrons incident sur l'échantillon est défléchi par les équipotentielles produites par des charges d'espace. La mesure de l'angle de déflexion permet de déterminer la quantité de charges.

conductrices du matériau sont mesurées avec une autre méthode dérivée qui est la C-AFM. Les charges piégées peuvent être mesurées avec ces trois techniques. En effet, les charges induisent une modification du potentiel de surface mesuré avec la KPFM, des forces électrostatiques mesurées avec la EFM, et contribuent au courant de conduction mesuré avec la C-AFM. Ces techniques sont utilisées pour étudier les phénomènes d'injection et de transport de charges dans les couches minces. Elles sont cependant principalement sensibles à la surface et ne permettent pas de localiser les charges en profondeur, ni de suivre leur déplacement dans le volume du matériau au cours du temps.

1.7.3 Méthode du miroir

La méthode du miroir (Scanning Electron Microscopy Mirror Effect, SEMME, en anglais) utilise un microscope électronique à balayage pour observer la déviation d'un faisceau d'électrons de faible énergie incident sur l'échantillon. Les charges présentes dans l'échantillon créent des équipotentielles sphériques. Quand le faisceau d'électrons de faible énergie arrive à proximité de l'échantillon, il est défléchi et une image se forme sur le microscope. La quantité de charges présentes dans l'échantillon est alors déduite connaissant le potentiel appliqué et les angles d'incidence et de déflexion du faisceau d'électrons (α et β sur la Figure 1.13) [64]. Cette méthode permet uniquement de déterminer l'étalement des charges stockées dans le matériau sans donner d'informations précises sur leur profondeur.



FIGURE 1.14 – Principe de la méthode thermique. (a) L'excitation thermique est appliquée à l'échantillon. (b) La chaleur diffuse dans l'échantillon. (c) La dilatation du matériau entraine le déplacement des charges qui génère un signal électrique mesurable.

1.7.4 Méthode thermique

Cette famille de techniques consiste à chauffer une face de l'échantillon pendant une courte durée comme montré sur la Figure 1.14. La chaleur diffuse dans le matériau et un gradient de température est créé le long de l'épaisseur entrainant notamment la dilatation non uniforme de l'échantillon et une variation de la permittivité. La dilatation du matériau provoque des déformations locales qui causent le déplacement des charges qui y sont piégées et ce déplacement des charges crée une différence de potentiel entre les électrodes. Cette tension est directement mesurée en condition de circuit ouvert. En condition de court-circuit, les charges images sur les électrodes se redistribuent afin de conserver la différence de potentiel appliquée à l'échantillon durant la mesure. La redistribution des charges produit un courant électrique mesurable qui circule entre les deux électrodes. Le courant électrique mesuré est relié au champ électrique présent dans l'échantillon par la relation

$$\frac{\partial Q(t)}{\partial t} = i(t) = C_0 \frac{\partial V}{\partial t} - C_0 \int \alpha E(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx$$
(1.1)

où Q(t) est la charge sur les électrodes, i(t) le courant mesuré, V la tension entre les deux électrodes, $\alpha = \alpha_d - \alpha_{\varepsilon}$, α_d étant le coefficient de dilatation linéaire thermique et α_{ε} le coefficient de variation de la permittivité avec la température, et C_0 est la capacité de l'échantillon. E(x) est le champ à l'intérieur de l'échantillon. $\Delta T(x,t)$ est la variation de la température à la position x à l'instant t. Si la condition de mesure est en circuit ouvert, alors i = 0 et si elle est en court-circuit, V = 0. Cette relation montre que pour déterminer le champ électrique puis la distribution des charges d'espace, il faut connaître la variation de la température dans l'échantillon en tout point et à tout instant.

Le signal, mesuré en circuit ouvert ou en court-circuit, contient des informations sur la quantité de charges et leurs positions dans le matériau. Néanmoins, la diffusion de la cha-

leur n'est pas uniforme et le profil de la température varie tout au long de la diffusion [49]. En conséquence, le signal mesuré n'est pas une image directe de la distribution spatiale des charges. Pour obtenir la distribution des charges, il faut recourir à des techniques de déconvolution [65, 66, 67, 68, 69, 70, 71]. Différentes façons de produire l'excitation thermique donnent lieu à différentes techniques :

- Si l'excitation est une impulsion, la technique est appelée TPM (*Thermal Pulse Method* en anglais) ou méthode thermique pulsée. La méthode TPM est la première technique thermique utilisée pour sonder les charges d'espace. Elle a été introduite par Collins en 1975 [59, 60]. Un faisceau laser pulsé est employé pour créer l'impulsion de chaleur. Le courant électrique généré suite à cette perturbation est mesuré entre les électrodes en condition de court-circuit [61, 72].
- La TPT (*Thermal Pulse Tomography*) emploie un système optique pour focaliser le faisceau du laser sur la surface de l'échantillon.
- Si l'excitation est un échelon de température, la technique est alors appelée TSM (*Thermal Step Method* en anglais) ou méthode d'échelon thermique, autrement appelée méthode de l'onde thermique (MOT). Elle emploie un circuit de chauffage/refroidissement pour générer l'excitation. Cette technique a été proposée en 1987 par Toureille [73].
- Si l'excitation est modulée, la technique est appelée LIMM (Laser Intensity Modulation Method en anglais). Elle a été proposée en 1981 par Lang et Das Gupta [71, 74]. Une des faces de l'échantillon est chauffée avec un faisceau laser modulé en intensité et à différentes fréquences et le courant généré est mesuré pour chaque fréquence. La mesure est donc effectuée dans le domaine fréquentiel plutôt que dans le domaine temporel. La FLIMM (Focused Laser Intensity Modulation Method en anglais) est la méthode LIMM avec un laser focalisé de manière plus précise.

1.7.5 Méthodes élastiques

Avec les méthodes élastiques, l'échantillon est soumis soit à une excitation élastique qui provoque la génération d'un signal électrique mesurable et porteur d'informations sur les charges d'espace, soit il est soumis à une perturbation électrique qui provoque une réponse élastique mesurable après transformation en un signal électrique par un transducteur. Le point commun à ces deux méthodes est la perturbation de l'équilibre électro-élastique au sein du matériau.

La méthode de l'onde de pression (MOP) ou *Pressure Wave Propagation (PWP) method* en anglais a été proposée par Lewiner et Laurenceau en 1976 [75, 76]. Elle consiste à

appliquer une perturbation de type élastique à une des faces de l'échantillon placé entre deux électrodes. Cette perturbation se propage sous forme d'une onde élastique dans le matériau et déplace les charges qui se trouvent sur son passage. Le déplacement des charges produit un courant que l'on peut mesurer dans le circuit connectant les électrodes. Ce principe est illustré sur la Figure 1.15. Contrairement à la diffusion thermique, le profil de la perturbation élastique varie peu pendant sa propagation. Ainsi, le courant induit à un instant donné est proportionnel à la quantité de charges déplacées à la position qui correspond à celle de l'onde à cet instant. De ce fait, le signal mesuré est une image directe de la distribution des charges dans l'échantillon et aucun traitement numérique n'est nécessaire pour obtenir la distribution qualitative des charges. L'expression du signal est similaire à celle de la méthode thermique. On a

$$i(t) = C_0 \frac{\partial V}{\partial t} + C_0 \int \chi(1 - a/\epsilon) E(x) \frac{\partial P(x, t)}{\partial t} dx$$
(1.2)

où χ est la compressibilité du matériau, P la pression et a le coefficient electrostrictif qui relie la variation de permittivité à la déformation mécanique.



FIGURE 1.15 – Principe de la méthode de l'onde de pression. (a) Un laser génère une onde de pression. (b) L'onde de pression se propage à l'intérieur du matériau. (c) Les charges d'espace sont déplacées au passage de l'onde élastique et un courant électrique est généré.

Les positions sont reliées au temps par la vitesse de propagation de l'onde élastique dans le matériau. La PWP est une méthode dite élasto-électrique, car le signal d'excitation est de nature élastique et la réponse mesurée est de nature électrique. Au départ, des tubes à onde de choc ont été utilisés pour valider la méthode mais la reproductibilité des mesures était insuffisante, c'est pourquoi d'autres techniques ont été développées. On compte trois techniques utilisées pour implémenter la PWP :

– La LIPP (Laser Induced Pressure Pulse en anglais) a été proposée en 1981 par Alquié [77]. Un laser pulsé génère une forte impulsion qui vient frapper une cible couplée acoustiquement à une face de l'échantillon. La compression provoquée sur la cible par le laser se propage dans le matériau. Le signal électrique généré est récupéré sur les électrodes.

- La PIPP (*Piezoelectric Induced Pressure Pulse* en anglais) a été proposée en 1982 [78]. Un cristal piézoélectrique épais est employé pour générer les impulsions de pression. Les amplitudes des impulsions sont faibles et le cristal piézoélectrique doit être en contact physique avec l'échantillon. Des transducteurs plus puissants ont été proposés par Holé en 1996 [79, 80]. Ceux-ci permettent d'obtenir un rapport signal sur bruit en monocoup légèrement inférieur à celui obtenu par l'utilisation de lasers. Ce système a permis les premières mesures à haute cadence [81].
- La PIPS (*Piezoelectric Induced Pressure Step* en anglais) [82] est une variante de la PIPP pour laquelle la forme de l'excitation est un échelon à la place d'une impulsion.

La méthode éléctro-acoustique, PEA (*Pulsed Electro-Acoustic* en anglais), a été proposée par Maeno et Takada en 1985 [83, 84]. Son principe est inverse de celui de la PWP (voir Figure 1.16). La perturbation est une impulsion électrique de courte durée et de forte amplitude. À l'application de cette perturbation sur l'échantillon, les charges subissent une variation de force électrostatique, ce qui donne naissance à des ondes élastiques. Ces ondes se propagent dans l'échantillon jusqu'à un transducteur qui les convertit en un signal électrique. Plus les charges sont loin du transducteur, plus les ondes élastiques mettent du temps pour y parvenir. Ainsi, le signal obtenu est la distribution qualitative des charges. Le déplacement mécanique u obtenu au niveau du transducteur est donné par l'expression

$$u(x,t) = \frac{C_0}{A} \Delta V(t) * \int \frac{(1-a/\epsilon)}{\epsilon'} \frac{\partial G(x,x',t)}{\partial x'} dx' - \frac{C_0^2}{2A^2} \Delta V^2 * \int \frac{(1-a/\epsilon)}{\epsilon} \frac{\partial G(x,x',t)}{\partial x'} dx'$$
(1.3)

où G est la fonction de Green, ΔV l'impulsion de tension appliquée à l'échantillon, et A, la surface.

On peut remarquer la présence d'un terme quadratique en ΔV^2 qui correspond au signal produit par les charges apportées sur les électrodes par l'excitation elle même. Généralement, ce terme est négligeable. Quand la forme de la perturbation est un échelon électrique, cette méthode prend le nom de *Step Electro-Acoustic* (SEA) [85]. La connaissance de la fonction de transfert du transducteur est nécessaire pour remonter aux distributions des charges d'espace. Le signal obtenu après ce traitement est une image directe des charges dans le volume du matériau.


FIGURE 1.16 – Principe de la méthode PEA. (a) Une excitation électrique de forte amplitude et de courte durée est appliquée. (b) Une onde élastique est générée par les charges. (c) Un transducteur transforme l'onde élastique en un signal électrique mesurable.

1.8 Synthèse

La transition énergétique en cours fait émerger de nouveaux besoins. La diversification des sources d'énergie pour répondre aux besoins accrus dans ce domaine, implique le transport de l'énergie sur de longues distances. L'emploi de la HVDC s'impose afin d'éviter les pertes dues au régime alternatif qui deviennent importantes sur les longues distances. Pour cela, il est nécessaire de convertir l'énergie de l'alternatif au continu avant le transport et du continu vers l'alternatif dans les réseaux de distribution. Cela nécessite l'utilisation de convertisseur à transistors, lesquels sont soumis à de hautes tensions. La couche mince constituant la grille du transistor qui est de quelques centaines de nanomètres [86, 87] est donc soumise à de forts champs électriques. L'injection de charges dans ces couches modifierait leur mode de fonctionnement, ce qui conduirait à un dysfonctionnement du composant du convertisseur, voire une panne générale de celui-ci. Il est donc nécessaire d'étudier le comportement électrique de tels films et la distribution des charges d'espace est un des paramètres clés. Néanmoins, la résolution spatiale des méthodes existantes reste insuffisante [88, 89, 90].

La méthode de etch-off possède la meilleure résolution spatiale mais elle est destructive et ne permet pas de suivre l'évolution de la distribution des charges d'espace au cours du temps. La méthode des courants thermo-stimulés permet uniquement d'avoir les niveaux énergétiques des pièges sans apporter une information sur leur position. De plus, l'état des charges est détruit à la fin de la mesure. Les méthodes non destructives indirectes ne sont pas appropriées à l'étude des isolants puisque la présence de charges mobiles est nécessaire pour mesurer un signal. Les méthodes non destructives directes telles que l'AFM, la méthode du miroir, la mesure de potentiel de surface, même si elles sont précises en surface, sont incapables de sonder les charges d'espace qui se trouvent en profondeur dans l'échantillon. La résolution spatiale de la méthode thermique dépend de la position dans l'échantillon testé à cause de la diffusion non uniforme de la chaleur. Pour un rapport signal sur bruit donné, elle est inversement proportionnelle à la profondeur. La résolution spatiale est meilleure à l'interface et se détériore au fur et à mesure que la chaleur diffuse en profondeur dans le matériau. Pour améliorer les algorithmes de déconvolution, il faut connaître le profil de la chaleur dans le matériau à chaque instant et à chaque position. Des travaux de recherche sont menés [91, 92, 93] dans ce sens en mesurant notamment la température de la surface. Les méthodes élastiques ont l'avantage de produire des signaux qualitativement similaires (une image directe) à la distribution des charges à l'intérieur du matériau sans traitement complexe. Pour un rapport signal sur bruit donné, la résolution est de l'ordre du temps de montée multiplié par la vitesse du son. La résolution spatiale de la PWP et de la PEA est de quelques micromètres. Les efforts se sont concentrés dans différents travaux de recherche pour améliorer la résolution spatiale de la PEA, notamment en améliorant le transducteur piézoélectrique [86]. Dans [87] un banc de mesure de PEA Haute Résolution (PEA HR) a été développée. Néanmoins, les résolutions spatiales obtenues (de l'ordre de 10 µm) demeurent insuffisantes pour l'étude des échantillons isolants très fins.

Ainsi, aucune des méthodes existantes pour la mesure des charges d'espace dans les isolants n'est applicable pour l'étude des films isolants en couche mince. L'objectif de cette thèse est de proposer une nouvelle méthode pour aller au-delà de cette limite. Ce travail porte donc sur l'amélioration de la résolution spatiale de la mesure des charges d'espace dans les isolants en utilisant une méthode élastique. Une meilleure résolution spatiale permettra d'étudier la distribution des charges d'espace dans les films en couche mince dont l'épaisseur est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres.

Chapitre 2

Electro-Acoustic Reflectometry (EAR)

Sommaire

2.1 Pri	incipe de la méthode EAR			
2.1.1	Excitation avec la méthode EAR			
2.1.2	Mesure avec la méthode EAR			
2.1.3	Obtention de l'information avec la méthode EAR			
2.2 No	tions d'élasticité 44			
2.2.1	Contrainte mécanique			
2.2.2	Déplacement et déformation mécaniques			
2.2.3	Impédance acoustique			
2.3 Co	uplage électro-mécanique			
2.4 Sin	nulation d'un plan de charges $\dots \dots 50$			
2.5 Signal électrique réfléchi				
2.6 Ré	$\operatorname{sum\acute{e}}$			

Aucune des méthodes exposées dans le chapitre précédent ne convient à la mesure des charges d'espace dans les films en couche mince. Pour aller au delà de la résolution spatiale actuelle, l'instrumentation est incapable de générer l'excitation nécessaire c'est-à-dire d'une durée suffisamment courte. Étudier les charges d'espace dans des films diélectriques dont l'épaisseur est de 1 µm, par exemple, demande une résolution spatiale d'au moins 100 nm, ce qui correspond à 10 GHz de bande passante pour un échantillon de type polymère avec une excitation élastique. Pour la méthode thermique, la bande passante nécessaire serait plus petite, typiquement 10 MHz dans les mêmes conditions mais pour éviter les complications de la déconvolution, on se focalise dans ce travail sur l'interaction élastique-électrique.

2.1 Principe de la méthode EAR

L'épaisseur d'un matériau donné et la vitesse du son dans ce matériau déterminent le temps de transit d'une onde élastique. Donc plus fin est le matériau, plus court est le temps de transit et plus courte encore doit être l'excitation.

Une impulsion parfaite $\delta(t)$, telle qu'illustrée sur la Figure 2.1(a), a théoriquement une durée nulle et une amplitude infinie. Son spectre contient toutes les fréquences.

$$\mathcal{F}(\delta(t)) = 1 \tag{2.1}$$

Cependant, en pratique, il est impossible de réaliser un tel signal. L'impulsion générée par un instrument de mesure est d'une durée finie τ , qui peut être considérée comme un signal porte d'amplitude A dont le spectre est un sinus cardinal :

$$Arect(\frac{t}{\tau}) \iff A\tau \operatorname{sinc}(\frac{\omega\tau}{2})$$
 (2.2)

Si τ est la durée totale de l'impulsion, le spectre résultant a une amplitude de $A\tau$ et une bande passante estimée au premier passage à zéro de $B = 1/\tau$.

Ainsi, plus la durée de l'impulsion est courte, plus son spectre est large et plus son amplitude diminue comme illustré sur la Figure 2.1(b). Il faut donc augmenter son amplitude pour conserver une puissance d'excitation équivalente. Ceci impose une contrainte supplémentaire pour le dispositif d'excitation.



FIGURE 2.1 – Du temporel au fréquentiel. (a) Impulsion théorique et son spectre. Le spectre d'une impulsion théorique est continu et contient toutes les fréquences. (b) Exemples d'impulsions pratiques de durées τ_1 , τ_2 et τ_3 et leurs spectres. La bande passante est inversement proportionnelle à la durée de l'impulsion.

2.1.1 Excitation avec la méthode EAR

Il est très difficile de réaliser une instrumentation avec une bande passante continue de la largeur souhaitée à cause des limitations technologiques. Cependant au lieu de faire cette excitation en temporel, le problème peut être contourné si on passe dans le domaine fréquenciel. Le cas idéal est illustré sur la Figure 2.2(a). L'excitation fréquence par fréquence permet de couvrir un large spectre. Cependant, on ne peut pas avoir un spectre infini en fréquence ; la fréquence maximale d'excitation impose la durée de l'impulsion équivalente dans le domaine temporel. Ceci veut dire que pour générer des impulsions électriques d'une durée τ pour chaque impulsion, il suffit de générer ses composantes spectrales jusqu'à la fréquence $f_{max} = 1/\tau$ environ tel que montré sur la Figure 2.2(b).



FIGURE 2.2 – Du domaine fréquentiel au domaine temporel. (a) Spectre d'excitation théorique et son équivalent en temporel. (b) Spectre d'excitation limité en fréquence et son équivalent temporel. (c) Excitation pratique et son équivalent temporel.

Ces composantes spectrales sont des sinusoïdes de fréquences différentes. Néanmoins, une sinusoïde de fréquence pure n'est possible que si sa durée est infinie. Pratiquement, la durée d'une sinusoïde est toujours finie, donc en fréquentiel, ce n'est pas une seule fréquence pure mais une bande de fréquences autour de la fréquence centrale f_0 dont la largeur est inversement liée à la durée de la sinusoïde. Par conséquent, avec une série de sinusoïdes, le signal temporel obtenu est une impulsion temporelle d'une durée environ égale à l'inverse de la fréquence maximale et répétée dans le temps à une cadence correspondant à l'échantillonnage fréquentiel f_s utilisé comme illustré sur la Figure 2.2(c). L'amplitude de l'impulsion est égale à l'amplitude d'une sinusoïde multipliée par le nombre de composantes spectrales. Si A est l'amplitude de chaque sinusoïde l'amplitude de l'impulsion résultante est alors A_{imp}

$$A_{imp} = 2AT f_{max} = 2 \frac{f_{max}}{f_s} \times A \tag{2.3}$$

On peut donc synthétiser les impulsions de l'excitation fréquence par fréquence (Figure 2.3). La durée de l'impulsion recherchée détermine la fréquence maximale. Ainsi, avec la méthode EAR, l'excitation est réalisée en utilisant des sinusoïdes à différentes fréquences contenues entre la fréquence de départ et la fréquence maximale. Il est plus facile de cette façon d'arriver à la bande passante requise pour la haute résolution spatiale. Un autre avantage est que la puissance de l'excitation est distribuée dans toutes les excitations fréquentielles, ce qui permet d'atteindre un meilleur rapport signal sur bruit.

Un avantage supplémentaire est qu'il est plus facile d'adapter un signal sur une bande étroite que sur une bande large. Aussi, cela a potentiellement la possibilité de maximiser la puissance transmise à l'échantillon et donc de maximiser encore le rapport signal sur bruit.



FIGURE 2.3 – Excitation large bande à partir de plusieurs excitations en bande étroite. L'excitation est un signal sinusoïdal avec balayage en fréquence sur une bande étroite. L'ensemble des bandes étroites est équivalent à la bande large nécessaire.

2.1.2 Mesure avec la méthode EAR

Si un plan de charges est présent dans le matériau soumis à une excitation électrique, le champ appliqué induit des variations des forces électrostatiques de Coulomb qui créent une contrainte mécanique, générant ainsi une onde élastique. La mesure de ce signal permet de remonter à l'information sur les charges d'espace présentes dans le matériau. Classiquement avec les méthodes non-destructives directes (méthode thermique, méthode de l'onde de pression, méthode électro-acoustique pulsée), le signal généré dans l'échantillon est mesuré par un circuit de mesure indépendant du circuit d'excitation. Ce signal doit traverser différents couplages élastiques (ou thermiques) aux interfaces entre les milieux comme entre le matériau et le guide d'onde, et entre le guide d'onde et le transducteur avec la PEA, par exemple. Ces couplages doivent être choisis de façon à assurer la non dispersion du signal élastique généré. Pour cela l'épaisseur des couplages doit être de quelques fractions d'une longueur d'onde. Aux fréquences très élevées, la longueur d'onde est petite et faire des couplages avec cette contrainte devient très difficile voire impossible. Ainsi, les chances de détecter le signal généré avec les couplages classiques aux hautes fréquences nécessaires pour les films minces sont très faibles.



FIGURE 2.4 – Le signal réfléchi. E_i , énergie incidente, E_r , énergie réfléchie, E_c , énergie convertie. (a) Échantillon sans charges d'espace. (b) Échantillon avec charges d'espace. S'il n'y a pas de charges d'espace dans l'échantillon la conversion électro-élastique ne se produit pas et le signal incident est presque entièrement réfléchi. S'il y a des charges d'espace dans le matériau, une partie du signal électrique incident est converti en un signal élastique et le signal réfléchi est différent du signal incident.

Du point de vue de l'excitation électrique, le matériau testé s'apparente à un condensateur. Il est donc désadapté par rapport à l'impédance caractéristique de la ligne de transmission et l'onde électrique est intégralement réfléchie vers le générateur (Figure 2.4(a)). En revanche, la génération de l'onde élastique en présence de charges d'espace dans le matériau signifie qu'une partie de l'énergie électrique donnée à l'échantillon est transformée en énergie élastique comme montré sur la Figure 2.4(b). Du point de vue électrique, cette énergie transformée peut être considérée comme des pertes supplémentaires par rapport à l'excitation. Cette quantité d'énergie doit manquer dans le signal électrique réfléchi par l'échantillon. Par conséquent, une trace de la génération d'ondes élastiques doit être visible dans le signal réfléchi. Ainsi, la mesure du signal réfléchi doit permettre de retrouver la quantité d'énergie consommée par la transformation électro-élastique et d'en extraire les informations recherchées sur la charge d'espace. Ainsi, au lieu de mesurer l'onde élastique générée par l'excitation, la méthode EAR mesure dans le signal électrique réfléchi l'énergie qui a été nécessaire pour générer l'onde élastique, donc également dans le coefficient de réflexion (rapport entre le signal incident et le signal réfléchi) aussi appelé $S_{11}.$

2.1.3 Obtention de l'information avec la méthode EAR

L'information recherchée sur la charge d'espace n'est pas directement obtenue avec la mesure du signal réfléchi. L'échantillon présente en effet un comportement électrique indépendamment de la charge d'espace. L'échantillon peut être représenté en première approximation par une capacité C_0 présentant des pertes diélectriques intrinsèques en parallèle avec une impédance dite motionnelle Z_m représentant les résonances élastiques de l'échantillon (Figure 2.5).



FIGURE 2.5 – Circuit électrique équivalent pour un échantillon quelconque en dissociant son impédance motionnelle Z_m .

Le signal réfléchi mesuré est la superposition des deux réponses, l'une diélectrique et l'autre élastique. Or, seule la réponse élastique est porteuse d'informations sur la distribution des charges d'espace. Par conséquent, la réponse élastique doit être extraite du signal mesuré. Une fois que cette réponse élastique est isolée, on revient dans le domaine temporel par transformée de Fourier inverse. Arrivé à ce stade, tout comme dans le cas des autres méthodes, la distribution spatiale est obtenue en transformant l'axe des temps en axe des positions connaissant la vitesse du son v dans le matériau. La position x qui correspond à l'instant t est donnée par $x = v \times t$. Les différentes étapes de la méthode EAR sont résumées sur la Figure 2.6.



FIGURE 2.6 – Résumé des étapes de la méthode EAR. L'échantillon est excité fréquence par fréquence. La réponse élastique extraite du signal réfléchi est transformée dans le domaine temporel par transformée de Fourier inverse. La distribution spatiale est obtenue en reliant les instants t aux positions x par la vitesse du son.

2.2 Notions d'élasticité

La méthode EAR est basée sur la conversion électro-élastique induite par les charges d'espace, on parle de la transduction. Dans le cas d'une transformation électro-élastique ou électro-acoustique, un transducteur transforme le signal électrique qui lui est appliqué en un signal élastique. Les matériaux piézoélectriques, par exemple, sont connus pour générer un signal électrique très fort, grâce à leur structure moléculaire, lorsqu'ils sont soumis à une contrainte mécanique. Inversement, ils génèrent un signal élastique fort sous une contrainte électrique. Le mécanisme de cette transformation est appelé couplage électro-élastique. La transduction existe même dans les isolants non piézoélectriques même si elle n'est pas aussi forte. Les méthodes élastiques de la mesure des charges d'espace exploitent cet effet. Avant d'aborder le couplage électro-élastique, il est nécessaire d'introduire quelques notions qui relèvent de la mécanique et qui sont nécessaires pour décrire les bases physiques de la méthode EAR.

2.2.1 Contrainte mécanique

La contrainte mécanique est l'ensemble des forces appliquées par unité de surface à un matériau solide. La contrainte peut provoquer une compression ou un étirement, une flexion ou une torsion (cisaillement) (Figure 2.7). Le volume change avec une compression ou un étirement et reste inchangé avec le cisaillement.



FIGURE 2.7 – Types de contraintes mécaniques.

Si on considère un élément de volume d'un matériau solide, il peut être représenté par un cube en coordonnées cartésiennes. Avec trois faces principales et trois types de contrainte, neuf façons d'appliquer une force sur cet élément de volume sont possibles. La contrainte T_{ij} est alors définie dans un repère cartésien par le rapport de la force appliquée F_i dans une direction donnée, à la surface élémentaire ds_j sur laquelle elle est appliquée :

$$T_{ij} = \frac{F_i}{ds_j} \tag{2.4}$$

où $i \in \{1, 2, 3\}$ est l'indice de la face, $j \in \{1, 2, 3\}$ est la direction de la force tel qu'illustré sur la Figure 2.8.



FIGURE 2.8 – Directions possibles de la contrainte mécanique pour une surface donnée (a),(b) Cisaillement. (c) Tension. (d) Tension et Cisaillement.

Ainsi

$$T = \begin{bmatrix} T_{11} & T_{12} & T_{13} \\ T_{21} & T_{22} & T_{23} \\ T_{31} & T_{32} & T_{33} \end{bmatrix}$$

La contrainte T_{ij} est définie positive pour un étirement. Si la contrainte est uni-axiale selon l'axe *i*, tous les éléments du tenseur *T* sont nuls sauf l'élément T_{ii} et c'est une contrainte d'étirement ou de compression. La contrainte peut être biaxiale avec deux éléments sur la diagonale du tenseur T.

2.2.2 Déplacement et déformation mécaniques

Le déplacement mécanique du volume élémentaire induit par une contrainte appliquée peut être vu comme le déplacement de chacun de ses sommets comme illustré sur la Figure 2.9. On définit le déplacement comme étant le déplacement d'un point par rapport à sa position d'équilibre. La direction de déplacement des trois sommets principaux va déterminer le déplacement total du volume et la façon dont il est déformé.



FIGURE 2.9 – Volume élémentaire d'un matériau solide avec trois arrêtes principales confondues avec les axes du repère cartésien.

La déformation est le déplacement relatif des sommets par rapport au sommet de référence en \vec{x} . C'est à dire, le déplacement d'un point relativement à un autre point. De même que la contrainte, neuf façons de déformer le matériau sont possibles. La déformation S est donnée par

$$S_{ij} = \frac{u_i(x + dx_j) - u_i(x)}{dx_j} = \frac{\partial u_i}{\partial x_j}$$
(2.5)

où \vec{u} est le vecteur de déplacement, \vec{x} est le vecteur de coordonnées et $i, j \in \{1, 2, 3\}$. Cette déformation n'est cependant pas invariante par rotation et on préfère la relation

$$S_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right)$$
(2.6)

La déformation est un tenseur symétrique $S_{ij} = S_{ji}$. Selon la loi de Hooke, chaque contrainte est reliée à chaque déformation par un coefficient constant qu'on appelle la raideur ou la rigidité élastique c. L'inverse de la raideur est la compliance ou la complaisance s. Compte tenu des symétries des tenseurs de contrainte et de déformation, le nombre d'éléments dans le tenseur de la raideur est réduit de 81 à 36.

$$T_{ij} = c_{ijkl} S_{kl} \tag{2.7}$$

$$S_{ij} = s_{ijkl} T_{kl} \tag{2.8}$$

Lorsque la déformation se fait sur des distances négligeables devant les dimensions de la structure, la géométrie n'intervient pas et on parle alors de la propagation d'une onde élastique. Dans un matériau uniforme (la raideur ne dépend pas de la position), l'onde élastique peut être exprimée par l'équation (2.9).

$$m_v \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} - c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_l} = f_{si}$$
(2.9)

où m_v est la masse volumique, f_{si} est une source de densité de forces externes. Une solution en onde plane de l'équation homogène $(f_{si} = 0)$ qui se propage à la vitesse v dans la direction \vec{n} est de la forme

$$\vec{u} = \vec{u}_0 \exp(\jmath \omega (t - \vec{n} \cdot \vec{x}/v)) \tag{2.10}$$

Ceci revient à avoir une solution à l'équation

$$-m_v v^2 u_i + c_{ijkl} n_j n_l u_k = 0 (2.11)$$

Le tenseur $\Gamma_{ik} = c_{ijkl}n_jn_l$ s'appelle le tenseur de Christofell. Une solution n'est donc possible que si $\Gamma_{ik} - m_v v^2 \delta_{ik} = 0$, ce qui signifie que $m_v v^2$ correspond à une des valeurs propres du tenseur de Christofell. Comme ce tenseur est du rang 3, il existe au maximum trois valeurs propres possibles donnant trois vitesses différentes qui correspondent aux modes de propagation. Pour le cas des matériaux isotropes par exemple, deux modes existent, un mode transversal (sans déformation volumique) et un mode longitudinal (avec déformation volumique).

2.2.3 Impédance acoustique

L'impédance acoustique d'un milieu est une mesure de l'opposition des particules à la propagation de l'onde élastique qui entraine le déplacement de ces particules. Elle est

donnée par le rapport entre la raideur c et la vitesse de l'onde v dans le milieu qui correspond aussi au produit de la masse volumique m_v avec la vitesse de l'onde v.

$$Z = \frac{c}{v} = m_v v$$

Elle s'exprime en Pa.s/m ou en Rayl. La différence entres les impédances acoustiques doit être prise en compte quand la propagation de l'onde élastique d'un milieu à un autre est étudiée. La réflexion et la transmission de l'onde élastique aux interfaces entres deux milieux différents dépendent des impédances acoustiques des milieux.

2.3 Couplage électro-mécanique

Quand un champ électrique est appliqué à un matériau quelconque en l'absence de charges et de dipôles permanents, une densité de dipôles induits apparait. Les forces électrostatiques qui agissent sur les deux charges opposées qui forment le dipôle ont tendance à les séparer. Une contrainte proportionnelle au carré du champ appliqué en résulte $T = \frac{1}{2}\epsilon E^2$.

Cependant, l'expansion du matériau réduit sa permittivité, il convient donc de corriger la contrainte précédente de $-\frac{1}{2}aE^2$ liée à cet effet appelé électrostrictif où a est le coefficient électrostrictif.

Si maintenant des dipôles sont présents dans le matériau, la contrainte produite par l'application d'un champ électrique est directement proportionnelle au champ appliqué T = -eE où e est le coefficient piézoélectrique.

La combinaison de la loi de Hooke et de la loi de Maxwell pour le déplacement électrique donne les équations d'état. De façon générale, trois cas sont distingués suivant la nature du matériau :

1. Dans le cas d'un matériau électrostatique simple, la contrainte électrostatique est le tenseur de Maxwell.

$$\begin{cases} T_{ij} = c_{ijkl}S_{kl} + \epsilon_{jk}E_kE_i - \frac{1}{2}\delta_{ij}\epsilon_{kl}E_kE_l\\ D_i = \epsilon_{ij}E_j \end{cases}$$

2. Dans le cas d'un matériau dont la permittivité varie sous l'effet d'une déformation qui modifie la densité de matière polarisable, cette variation de la permittivité est appelée électrostriction.

$$\begin{cases} T_{ij} = c_{ijkl}S_{kl} - \frac{1}{2}a_{ijkl}E_kE_l\\ D_i = (\epsilon_{ij} + a_{ijkl}S_{kl})E_j \end{cases}$$

3. Dans le cas d'un matériau piézoélectrique, des dipôles permanents sont présents et l'action du champ électrique sur ces dipôles produit une contrainte mécanique.

$$\begin{cases} T_{ij} = c_{ijkl}S_{kl} - e_{ijk}E_k \\ D_i = \epsilon_{ij}E_j + e_{kji}S_{kj} \end{cases}$$
(2.12)

En général, quand un matériau est soumis à une contrainte mécanique ou électrique, tous les phénomènes décrits par les trois cas précédents se produisent. Ainsi, on pourra écrire l'équation d'état englobant tous les termes :

$$\begin{cases} T_{ij} = c_{ijkl}S_{kl} + \epsilon_{jk}E_kE_i - \frac{1}{2}\delta_{ij}\epsilon_{kl}E_kE_l - \frac{1}{2}a_{ijkl}E_kE_l - e_{ijk}E_k \\ D_i = \epsilon_{ij}E_j + a_{ijkl}S_{kl}E_j + e_{kji}S_{kj} \end{cases}$$
(2.13)

Si on considère un échantillon diélectrique très fin, l'épaisseur est négligeable devant la surface d'excitation (Figure 2.10), les expressions des différentes quantités élastiques sont simplifiées car il y a une invariance par translation latérale et on peut les réécrire en omettant les indices comme si le matériau était unidimensionnel.



FIGURE 2.10 – Dimensions latérales infiniment grandes devant l'épaisseur d. Cette approximation permet de considérer uniquement l'onde élastique se propageant selon l'épaisseur dans la direction x.

La contrainte a une seule composante $T = T_{11}$ dans l'axe (Ox) perpendiculaire aux faces de l'échantillon. Les faces de l'échantillon étant infiniment grande devant son épaisseur, les composantes transversales du déplacement selon les axes (Oy) et (Oz) sont négligeables. Ainsi, l'expression de la déformation est également simplifiée. Le déplacement a une seule composante et le tenseur de Christofell est réduit à un scalaire donnant un seul mode de propagation, un mode longitudinal (avec déformation) selon l'axe (Ox).

$$S = \frac{\partial u_x}{\partial x} \tag{2.14}$$

Les équations d'états dans le cas d'un matériau isolant fin se simplifient alors :

$$\begin{cases} T = cS + \epsilon E^2 - \frac{1}{2}\epsilon E^2 - \frac{1}{2}aE^2 - eE\\ D = \epsilon E + aSE + eS \end{cases}$$
(2.15)

2.4 Simulation d'un plan de charges

Considérons le système unidimensionnel montré sur la Figure 2.11. Ce système est composé d'un matériau isolant d'épaisseur d couplé sur chacune de ses faces à un matériau supposé infiniment épais. Ce système peut être décrit par les équations d'état pour le cas unidimensionnel. On suppose qu'on applique un champ électrique $E = E_0 + \delta E$. C'est uniquement la variation du champ qui produit une variation de la contrainte mécanique source des ondes ultrasonores, c'est pourquoi dans l'expression de la contrainte on tient compte uniquement de ce terme. La déformation est remplacée par son expression pour le cas unidimensionnel $S = \partial u/\partial x$ et on peut montrer (Annexe A) que dans le régime harmonique les équations d'état sont données par

$$\begin{cases} T = c\frac{\partial u}{\partial x} - e^*\delta E\\ D = \epsilon^*\delta E + e^*\frac{\partial u}{\partial x} \end{cases}$$
(2.16)

où T est la contrainte mécanique, D le déplacement électrique, c la rigidité élastique, u le déplacement mécanique, $\epsilon^* = \epsilon + aS_0$ la permittivité équivalente du matériau avec S_0 la déformation statique et $e^* = e + (\alpha - \epsilon)E_0$ est le coefficient piézoélectrique équivalent du matériau sous le champ appliqué. Pour alléger les notations, les * sont omis dans la suite.

Pour simuler un plan de charges dans un matériau isolant, on considère un plan de charges σ à la position x_s comme montré sur la Figure 2.11.

Si aucune charge n'est présente dans l'échantillon, les charges induites sur les électrodes sont uniquement dues à la tension appliquée (Figure 2.11(a)).

Le plan de charges induit des charges images σ_1 et σ_2 sur les électrodes comme illustré sur la Figure 2.11(b). Les charges induites dépendent de la quantité de charges dans l'échantillon ainsi que de la position de cette dernière.



FIGURE 2.11 – Plan de charges à la position x_s dans un échantillon d'épaisseur d supposé entre deux milieux infiniment épais. (a) Distribution des charges sans plan de charges interne et avec une tension appliquée. (b) Distribution des charges avec un plan de charges interne et sans tension appliquée. (c) Distribution des charges avec un plan de charges interne et avec une tension appliquée.

$$\begin{cases} \sigma_1 = -\frac{\sigma(d-x_s)}{d} & \text{en } x = 0\\ \sigma_2 = -\frac{\sigma x_s}{d} & \text{en } x = d \end{cases}$$
(2.17)

Si une tension V_{app} est appliquée à l'échantillon, comme représenté sur la Figure 2.11(c), les charges qui apparaissent sur les électrodes deviennent :

$$\begin{cases} \sigma_1' = -\frac{\sigma(d-x_s) + \epsilon V_{app}}{d} \\ \sigma_2' = \frac{-\sigma x_s + \epsilon V_{app}}{d} \end{cases}$$
(2.18)

L'objectif est de trouver le courant électrique généré par couplage électro-élastique suite à l'excitation électrique. En appliquant la loi de Maxwell-Ampère en l'absence d'un champ magnétique (2.19) et en partant des équations d'état (2.16), on arrive à l'expression (2.20) pour la densité de courant j(t). Le calcul détaillé est donné en Annexe B.2.3.

$$j(t) = -\frac{\partial D}{\partial t} \tag{2.19}$$

$$j(t) = \frac{\epsilon}{d} \frac{\partial V_{app}}{\partial t} - \frac{\sigma}{d} \frac{\partial u(x_s)}{\partial t} + \frac{\epsilon V_{app} + \sigma(d - x_s)}{d^2} \frac{\partial u(0)}{\partial t} + \frac{\sigma x_s - \epsilon V_{app}}{d^2} \frac{\partial u(d)}{\partial t} \qquad (2.20)$$

Sachant que $V_{app} = V_0 + \delta V$, où V_0 est la composante continue et δV est la variation de la tension en régime harmonique. Ainsi $\partial V_{app}/\partial t = \partial \delta V/\partial t$, on a donc

$$j(t) = \frac{\epsilon}{d} \frac{\partial \delta V}{\partial t} - \frac{\sigma}{d} \frac{\partial u(x_s)}{\partial t} + \frac{\epsilon V_{app} + \sigma(d - x_s)}{d^2} \frac{\partial u(0)}{\partial t} + \frac{\sigma x_s - \epsilon V_{app}}{d^2} \frac{\partial u(d)}{\partial t}$$
(2.21)

On peut réécrire dans le domaine fréquentiel l'expression de la densité du courant généré $j(\omega)$, en supposant un régime harmonique en ω . En régime harmonique, avec une excitation et une mesure à la pulsation ω , seules les variations à cette pulsation sont importantes, les effets en $\omega = 0, 2\omega, 3\omega$... sont négligés par la détection synchrone. Ainsi, à la pulsation ω , on a avec $j = \sqrt{-1}$

$$j(\omega) = \jmath\omega\frac{\epsilon}{d}\delta V + \jmath\omega\{-\frac{\sigma}{d}u(x_s) + \frac{\epsilon V_0 + \sigma(d-x_s)}{d^2}u(0) + \frac{\sigma x_s - \epsilon V_0}{d^2}u(d)\}$$
(2.22)

On peut distinguer deux termes essentiels dans l'expression (2.22). Le premier terme est proportionnel à la variation de la tension δV et ne contient pas de contribution mécanique, tandis que le deuxième terme englobe toutes les contributions mécaniques du couplage électro-élastique. Le premier terme correspond à la réponse diélectrique pure qui est de nature capacitive vu le coefficient ϵ/d . Le deuxième terme est une réponse élastique pure, elle ne tient compte que du déplacement mécanique. Cette réponse élastique contient la contribution de la charge supposée à la position x_s et de la tension appliquée.

Trouver la densité du courant j revient donc à trouver le déplacement mécanique u(x) dans le matériau aux positions 0, x_s et d. Ainsi, le courant électrique généré par couplage électro-acoustique est porteur d'information sur les charges présentes dans l'échantillon et leurs positions.

Le déplacement de matière vérifiant l'équation de propagation (2.9) est la superposition de la solution homogène (2.10) pour les deux directions de propagation et les solutions particulières pour les trois points de charges. Ces sources sont la charge interne à la position $x = x_s$ et les charges induites aux positions x = 0 et x = d. On a

$$u(x) = A \exp(-\jmath kx) + B \exp(\jmath kx) + \frac{\sigma \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath k |x - x_s|) - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath k |x|) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath k |x - d|) - \frac{\epsilon V_0 \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath k |x|) + \frac{\epsilon V_0 \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath k |x - d|)$$
(2.23)

où u(x) est le déplacement élastique en fonction de la position x, A l'amplitude de l'onde qui se propage dans la direction des x positifs et B l'amplitude de l'onde élastique qui se propage dans la direction des x négatifs. σ est la densité de charges à la position x_s , δE la variation du champ électrique appliqué, d l'épaisseur de l'échantillon, V_0 la tension constante appliquée, ϵ la permittivité du matériau, Z l'impédance acoustique du matériau et ω la pulsation harmonique du champ appliqué.

Pour trouver les amplitudes A et B des déplacements élastiques produits par les sources , il faut considérer les conditions aux interfaces. Cela revient à traiter les quatre cas simples : Interfaces rigides, interfaces libres, interfaces libre/rigide et interfaces rigide/libre.

a) Interfaces rigides : la condition est u(0) = u(d) = 0. On obtient

$$\begin{cases}
A = \delta E \frac{\epsilon V_0 \sin(kd) + \sigma \left(d - x_s\right) \sin(kd) - \sigma d \sin(k(d - x_s))}{2j\omega Z d \sin(kd)} \\
B = -\delta E \frac{\epsilon V_0 \sin(kd) + \sigma d \sin(kx_s) - \sigma x_s \sin(dk)}{2j\omega Z d \sin(kd)} \exp(-jdk)
\end{cases}$$
(2.24)

b) Interfaces libres : la condition est T(0) = T(d) = 0. On obtient

$$\begin{cases} A = \delta E \frac{\epsilon V_0 \left(\cos(kd) - 1\right) + \sigma d \left(\cos(kd) - \cos(k(d - x_s))\right) + \sigma x_s \left(1 - \cos(kd)\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} \\ B = \delta E \frac{\epsilon V_0 (1 - \cos(kd)) + \sigma d \left(1 - \cos(kx_s)\right) + \sigma x_s \left(\cos(kd) - 1\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} \exp(-\jmath kd) \end{cases}$$

$$(2.25)$$

c) Interfaces libre/rigide : la condition est T(0) = 0 et u(d) = 0. On obtient

$$\begin{cases}
A = \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_0) \sin(kd) + \sigma d (\sin(k(d - x_s)) - \sin(kd))}{2\omega Z d \cos(kd)} \\
B = \jmath \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_0) (1 - \cos(kd)) + \sigma d (\cos(kx_s) - 1)}{2\omega Z d \cos(kd)} \exp(-\jmath kd)
\end{cases}$$
(2.26)

d) Interfaces rigide/libre : la condition est u(0) = 0 et T(d) = 0. On obtient

$$\begin{cases}
A = \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_0) (1 - \cos(kd)) - \sigma d (\cos(k(d - x_s)) - \cos(kd))}{2j\omega Z d \cos(kd)} \\
B = \delta E \frac{(\epsilon V_0 - \sigma x_s) \sin(kd) + \sigma d \sin(kx_s)}{2\omega Z d \cos(kd)} \exp(-jkd)
\end{cases}$$
(2.27)

Le spectre du courant électrique généré par couplage électro-acoustique est montré sur les figures 2.12a(a), 2.12(b), 2.12(c) et 2.12(d), pour les interfaces rigides, les interfaces libres, les interfaces libre/rigide et les interfaces rigide/libre respectivement. Le cas illustré par ces figures correspond à une charge d'espace supposée à la position $x_s = 0.1$ avec $\epsilon = d = v = V_0 = \sigma = 1$. La réponse est simulée en fonction de ω .



FIGURE 2.12 – Spectres du courant électrique généré pour $x_s = 0.1$ et $\epsilon = d = v = V_{app} = \sigma = 1$ donné en échelle log. (a) Interfaces rigides. (b) Interfaces libres. (c) Interfaces libre/rigide. (d) Interfaces rigide/libre.

On remarque que pour tous les types d'interfaces, le courant électrique généré contient deux réponses. La première varie lentement avec la fréquence et la deuxième varie rapidement avec la fréquence. Cette dernière est forte à basse fréquence et s'estompe à mesure que la fréquence augmente. La première composante est dû au comportement diélectrique de l'échantillon, ici une capacité parfaite. Elle est directement liée à l'excitation et ne dépend pas de la position du plan de charges dans l'échantillon. La deuxième composante est fonction de l'excitation et dépend de la quantité de charges et de sa position. L'information sur la charge dans le matériau réside donc dans cette deuxième composante. Ainsi, pour déterminer la position de la charge dans le matériau, il faut extraire le signal correspondant dans le signal total suite à l'application d'une excitation électrique. Les résonances mécaniques sont très utiles pour cela. Elles sont générées dans le cas où les interfaces ne sont pas adaptées au matériau, c'est-à-dire lorsque les milieux adjacents présentent des impédances acoustiques différentes de celle du matériau d'intérêt. En se basant sur cette possibilité de détection, la méthode proposée utilise une excitation électrique et mesure le signal électrique généré dans l'échantillon.

Il est possible de simuler la réponse élastique en fonction de la position de la charge dans l'échantillon. On considère un cas simplifié pour vérifier la validité du modèle élaboré par les équations d'état. Pour cela, on suppose, comme précédemment, que d = 1, $\epsilon = 1$ et v = 1. On considère un plan de charges à différentes positions x_s , de d/10 à 9d/10. Les figures 2.13 à 2.16 montrent le signal élastique généré dans le matériau avec et sans tension appliquée, et avec et sans charge à la position $x_s = 0.1$ pour les quatre types d'interfaces après transformation dans le domaine temporel par transformée de Fourier inverse.



FIGURE 2.13 – Signal élastique simulé avec interfaces rigides. (a) Sans plan de charges et avec tension appliquée. (b) Avec plan de charges et sans tension appliquée. (c) Avec tension appliquée et avec un plan de charges.



FIGURE 2.14 – Signal élastique simulé avec interfaces libres. (a) Sans plan de charges et avec tension appliquée. (b) Avec plan de charges et sans tension appliquée. (c) Avec tension appliquée et avec un plan de charges.



FIGURE 2.15 – Signal élastique simulé avec interfaces libre/rigide. (a) Sans plan de charges et avec tension appliquée. (b) Avec plan de charges et sans tension appliquée. (c) Avec tension appliquée et avec un plan de charges.



FIGURE 2.16 – Signal élastique simulé avec interfaces rigide/libre. (a) Sans plan de charges et avec tension appliquée. (b) Avec plan de charges et sans tension appliquée. (c) Avec tension appliquée et avec un plan de charges.

On peut constater qu'avec les interfaces rigides, s'il n'y a pas de charges dans le matériau, aucun signal élastique n'est généré tandis qu'avec les interfaces libres les charges formées sur les électrodes par la tension appliquée génèrent un signal élastique. En effet, les charges aux interfaces libres peuvent se déplacer sous l'effet de forces électrostatiques et sous l'effet des ondes élastiques se propageant dans l'échantillon et donc produire un courant tandis qu'elles ne le peuvent pas avec les interfaces rigides. Avec les autres types d'interfaces, un signal élastique est générée par la charge qui se trouve à l'interface libre.

Pour le cas où une charge est présente dans l'échantillon et où aucune tension n'est appliquée, le signal élastique généré dans le cas des interfaces rigides est dû uniquement à cette charge interne. Avec les interfaces libres, les interfaces libre/rigide et rigide/libre, les signaux élastiques générés sont dus à la charge interne et aux charges induites qui se trouvent sur les interfaces libres.

Dans le cas d'une charge interne avec une tension appliquée, le signal élastique généré pour tous les types d'interfaces est aux mêmes positions temporelles que précédemment. La tension appliquée modifie uniquement l'amplitude de ce signal puisque les charges créées par la tension appliquée aux interfaces renforcent ou diminuent la quantité totale des charges aux interfaces.



Temps [s]

FIGURE 2.17 – Trajectoire de l'onde élastique dans l'échantillon dans le cas d'interfaces rigides correspondant au cas illustré sur la Figure 2.13.

Les schémas des figures de 2.17 à 2.20 illustrent la génération du signal élastique d'une manière qualitative. La charge interne est toujours supposée à la position $x_s = 0.1$. Ainsi, on peut suivre la trajectoire des ondes élastiques dans l'échantillon. Les ondes élastiques sont générées par la charge interne et par les charges induites qui se trouvent aux interfaces libres. Toutes les ondes élastiques se propagent dans l'échantillon à la même vitesse, elles sont réfléchies à chaque fois qu'elles heurtent une interface de l'échantillon et continuent à se propager, ce qui donne un signal périodique dans le temps. Un signal électrique est généré à chaque fois qu'elles rencontrent un plan de charges qui peut se déplacer. Ainsi, sur les figures 2.17 à 2.20, un pic du signal élastique est représenté à chaque instant où une onde élastique croise un plan de charges libre de bouger.



Temps [s]

FIGURE 2.18 – Trajectoire de l'onde élastique dans l'échantillon dans le cas d'interfaces libres correspondant au cas illustré sur la Figure 2.14.



 $\label{eq:Figure 2.19} Figure 2.19 - Trajectoire de l'onde élastique dans l'échantillon dans le cas d'interfaces libre/rigide correspondant au cas illustré sur la Figure 2.15.$

Par exemple, on peut vérifier que les positions du signal élastique obtenu sur la Figure 2.17 correspondent à celles du signal élastique sur la Figures 2.13. Celles sur la Figure 2.18

correspondent à celles du signal élastique sur la Figure 2.14. Enfin, le signal obtenu sur les Figures 2.19 et 2.20 correspond aux signaux des figures 2.15 et 2.16, respectivement.



 $\label{eq:Figure 2.20} Figure 2.20 - Trajectoire de l'onde élastique dans l'échantillon dans le cas d'interfaces rigide/libre correspondant au cas illustré sur la Figure 2.16.$

Il est à noter que dans le cas où les interfaces sont acoustiquement adaptées, il n'y a pas de résonance élastique puisque les ondes élastiques qui se propagent vers les milieux adjacents ne sont pas réfléchies aux interfaces. Dans ce cas, on ne peut pas dissocier facilement l'information de la réponse élastique due aux charges dans l'échantillon de la réponse diélectrique du matériau dans le signal brut complet.

La Figure 2.21 montre les variations du signal élastique généré en fonction de la position supposée du plan des charges d'espace pour les quatre types d'interfaces. On voit bien que pour les quatre types d'interfaces, le signal généré varie selon la position de la charge dans l'échantillon. Ces simulations montrent clairement que le signal produit des informations dépendant de la distribution des charges mais également des conditions d'interface.

2.5 Signal électrique réfléchi

La méthode EAR consiste à mesurer le signal électrique réfléchi par l'échantillon. Le coefficient de réflexion électrique Γ est donné par l'équation (2.28), où $z_t = Z_t/Z_0$ est l'impédance électrique réduite de l'échantillon, $Z_0 = 50 \Omega$ est l'impédance du système de mesure.



FIGURE 2.21 – Signal élastique généré dans l'échantillon en fonction de la position de la charge x_s . (a) Avec interfaces rigides. (b) Avec interfaces libres. (c) Avec interfaces libre/rigide. (d) Avec interfaces rigide/libre.

$$\Gamma = \frac{z_t - 1}{z_t + 1} \tag{2.28}$$

Le courant électrique généré par l'échantillon, suite à l'application d'une tension $V_{app} = V_0 + \delta V(t)$, peut être exprimée de manière générale comme

$$j = Y_t \,\delta V(t) \tag{2.29}$$

où Y_t est l'admittance totale de l'échantillon comprenant l'admittance de la capacité intrinsèque de l'échantillon et l'admittance de la branche motionnelle via $\delta E = \delta V/d$. L'admittance de la branche motionnelle est donc directement proportionnelle au courant généré par l'onde élastique à la pulsation ω . Le coefficient de réflexion Γ représenté sur la Figure 2.22 peut être donné en fonction de l'admittance réduite y_t ($y_t = Y_t/Y_0$ et



FIGURE 2.22 – Principe de mesure du coefficient de réflexion Γ .

 $Y_0 = 1/Z_0$ par

$$\Gamma = \frac{1 - y_t}{1 + y_t} \tag{2.30}$$

d'où

$$y_t = \frac{1 - \Gamma}{1 + \Gamma} \tag{2.31}$$

Ainsi, l'information sur le courant électrique généré est présente dans le coefficient de réflexion Γ .

On suppose un cas d'interfaces libres, la contribution élastique dans le courant électrique générée peut être détectée dans le signal de réflexion puisque l'admittance de l'échantillon est directement proportionnelle au courant électrique généré dans l'échantillon. Quand l'onde de tension arrive sur l'échantillon, une résonance élastique est générée dans l'échantillon par couplage électro-élastique. D'un point de vue électrique, l'impédance de l'échantillon dépend de la fréquence par les résonances élastiques générées. On peut considérer l'échantillon comme un système à un seul accès (Figure 2.23) et il peut être caractérisé par son coefficient de réflexion S_{11} .

$$S_{11} = \frac{b_1}{a_1} = \Gamma_{in} \tag{2.32}$$

où a_1 est l'onde incidente et b_1 l'onde réfléchie.

Ainsi, mesurer le S_{11} permet de remonter à l'admittance Y_t qui comprend les deux comportements électrique et élastique décrits par l'expression du courant généré donnée par la relation (2.22).



FIGURE 2.23 – Échantillon vu comme un système à un seul accès pour le système de mesure.

2.6 Résumé

Ce chapitre a porté sur l'étude théorique de la possibilité de détecter le signal élastique généré par un couplage électro-elastique dans l'échantillon à partir du signal électrique réfléchi par l'échantillon suite à son excitation électrique. Le signal électrique généré contient deux contributions : une contribution électrique pure due à la capacité intrinsèque de l'échantillon et un signal d'origine élastique porteur d'information sur la distribution des charges d'espace car il dépend de la position et de la quantité de charges dans l'échantillon tel que montré par les simulations présentées. Le signal élastique obtenu, n'est pas uniquement dû à la charge d'espace interne mais aussi aux charges induites aux interfaces et dépend du type de couplage aux interfaces. Un traitement approprié doit être appliqué pour séparer le signal élastique qui émane de la charge d'espace seule sans les charges images.

Chapitre 3

Instrumentation et mesure

Sommaire

3.1 Ban	c de mesure	64
3.1.1	Instrument de mesure	64
3.1.2	Porte échantillon	66
3.1.3	Choix de l'échantillon test	66
3.2 Mes	ures	69
3.3 Dist	ribution des charges d'espace	75
3.4 Sens	sibilité de la méthode EAR	78
3.4.1	Amélioration du RSB pour les méthodes élastiques	78
3.4.2	Amélioration du RSB pour EAR	78
3.5 Bila	n	83

Le système d'excitation et de mesure avec la méthode EAR doit être capable de fonctionner à de très hautes fréquences. Il est essentiel de pouvoir séparer le signal incident et le signal réfléchi comme illustré par la Figure 3.1. Il s'ensuit qu'une instrumentation microondes se trouve la plus adéquate pour une démonstration expérimentale de la méthode EAR.

3.1 Banc de mesure

Un système spécifiquement dédié à la méthode EAR, assurant la fonction décrite dans le schéma de la Figure 3.1, peut être conçu et réalisé. Néanmoins, dans cette étape de développement de la méthode EAR, il est préférable d'utiliser une instrumentation microonde déjà disponible malgré des éventuelles inadéquations.



FIGURE 3.1 – Schéma fonctionnel du système de mesure. Le système envoie un signal d'excitation en entrée et mesure le signal réfléchi. Un dispositif tel qu'un circulateur permet de séparer les deux signaux.

3.1.1 Instrument de mesure

Un analyseur de réseaux vectoriel répond largement aux critères d'excitation et de mesure imposés par la méthode EAR. Le principe de fonctionnement d'un analyseur de réseaux à une seule voie est rappelé sur la Figure 3.2. Une source génère le signal d'excitation sur la bande de fréquences choisie. Le niveau du signal généré peut être ajusté grâce à une série d'atténuateurs. Le signal d'excitation passe par un diviseur de puissance qui l'achemine sur deux voies : la première sert de signal de référence, la deuxième voie sert d'excitation (signal incident) pour le composant à caractériser (DUT). Le coupleur permet de séparer le signal réfléchi et le signal incident. Le signal réfléchi passe par un détecteur où il est



FIGURE 3.2 – Schéma fonctionnel de l'analyseur de réseaux.

mélangé avec le signal de référence. Le résultat du mélange passe ensuite par un filtre de fréquence intermédiaire (IF) avant l'affichage. La largeur du filtre IF permet de contrôler le plancher de bruit de la mesure. Un filtre étroit permet de réduire le niveau de bruit et ainsi d'avoir un signal moins bruité à l'affichage mais le temps de balayage devient plus important. L'étalonnage de l'appareil corrige différentes erreurs et doit être effectué avant toute mesure.



 ${\rm FIGURE}$ 3.3 – Analyseur de réseaux vectoriel HP8722ES. Seul un des accès est utilisé pour la mesure.

Dans le cadre de ce travail, un analyseur de réseaux à deux accès de type HP8722ES dont un seul est utilisé tel que montré sur la Figure 3.3 est employé. Il est capable de fournir un signal de fréquence comprise entre 50 MHz et 40 GHz et permet de régler la bande



FIGURE 3.4 – Schéma du porte-échantillon.

passante du filtre IF à 6 kHz, 3 kHz, 30 Hz et 10 Hz. Un étalonnage de type Short, Open, Load (SOL) est effectué avant de faire une mesure.

3.1.2 Porte échantillon

Les critères considérés dans la conception du porte échantillon sont la forme et les dimensions de l'échantillon ainsi que l'impédance du câble (50Ω) du système de mesure. L'impédance de la ligne affecte directement les dimensions physiques du porte-échantillon. Le schéma de la Figure 3.4 donne un aperçu du porte-échantillon. La matière choisie est le laiton pour sa facilité d'usinage et sa bonne conduction électrique. Comme montré sur la Figure 3.4, il est composé de deux parties, la première est un plateau sur lequel est posé l'échantillon et constitue le plan de masse et la deuxième porte la sonde de mesure (Figure 3.5.(a)). Le porte-échantillon monté est montré sur les figure 3.5(b) et 3.5(c). Une pointe de touche dont la longueur est variable grâce à un ressort vient s'appuyer sur l'échantillon posé sur le plateau du porte échantillon. Un serrage mécanique est utilisé tel que montré sur la Figure 3.5(c) pour assurer un bon contact entre la pointe de touche et l'échantillon, et entre les deux parties à la masse du porte-échantillon.

3.1.3 Choix de l'échantillon test

L'objectif est de détecter un plan de charge dans un matériau isolant. Dans cette phase de test, il est nécessaire de se mettre dans des conditions optimales pour la détection compte tenu de l'appareil utilisé. L'impédance de rayonnement de l'échantillon R [94] est donné par

$$R = \frac{Z}{2A} \left(\frac{d}{e}\right)^2 \tag{3.1}$$



FIGURE 3.5 – Porte-échantillon fabriqué. (a) Les deux parties du porte-échantillon. (b) Le porte-échantillon monté. (d) Le porte-échantillon avec le serrage mécanique.

où Z est l'impédance acoustique des deux milieux adjacents, A la surface de l'échantillon, d son épaisseur et e son coefficient piézoélectrique.

Ainsi, pour être compatible avec les 50 Ω caractéristique de l'analyseur de réseaux utilisé, il est nécessaire d'avoir un coefficient de couplage *e* suffisamment fort. Un matériau isolant contenant des charges auquel une tension V_{app} est appliquée possède une impédance de source trop élevée par rapport à 50 Ω pour des dimensions raisonnables. Un matériau piézoélectrique, comme le PVDF (Polyfluorure de vinylidène), est polarisé de façon permanente à sa fabrication et présente un coefficient de couplage suffisant ne nécessitant pas l'application d'une tension de polarisation. Le coefficient piézoélectrique du PVDF qui indique la quantité de charges accumulées lorsque une contrainte élastique est appliquée, est estimé à $e = 0.042 \text{ C/m}^2$. Pour avoir une polarisation équivalente avec des polymères nonpiézoélectriques tels que le Polyéthylène (PE), ou le Polyéthylène Terephthalate (PET), il faudrait appliquer des champs de polarisation colossaux qui peuvent dépasser le champ de rupture diélectrique de ces polymères. Des exemples sont donnés dans le Tableau 3.1.

Ainsi, le PVDF est employé comme échantillon test. L'excitation d'autres matériaux nécessiterait d'avoir un appareil de mesure avec une impédance caractéristique plus élevée. Le dipôle permanent qui caractérise le PVDF peut être assimilé à un plan de charges d'espace dans un matériau diélectrique normal. On utilise des échantillons en PVDF de 9 µm d'épaisseur dont un exemple avec un diamètre de 5 mm est montré sur la Figure 3.6.

Le montage complet de la méthode EAR est montré sur la Figure 3.7. L'acquisition des données se fait avec le logiciel Matlab, via une interface GPIB connectée à l'analyseur de réseaux.

	PE	PET	PEN	PP
ϵ_r	2.3	3	3.2	2.4
Champs de polarisation [kV/mm]	2063	1582	1483	1977

TABLE 3.1 – Valeurs du champ de polarisation pour quelques isolants polymères pour obtenir la même polarisation que le PVDF.



FIGURE 3.6 – Échantillon en PVDF de $9\,\mu\mathrm{m}$ d'épaisseur et de $5\,\mathrm{mm}$ de diamètre.



FIGURE 3.7 – Montage de la méthode EAR. L'analyseur de réseaux vectoriel HP8722ES est connecté au porte-échantillon avec un câble hyper fréquence. L'ordinateur est relié à l'analyseur via un port GPIB pour l'acquisition des données et leur traitement .



FIGURE 3.8 – Coefficient de réflexion S_{11} mesuré avec un échantillon de PVDF de 9 µm d'épaisseur et de 5 mm de diamètre. (a) Module du S_{11} en dB. (b) S_{11} en abaque de Smith.

3.2 Mesures

Le coefficient de réflexion mesuré avec un échantillon de PVDF de 9 µm d'épaisseur et de 5 mm de diamètre est montré sur la Figure 3.8. On constate une allure générale proche de la réflexion totale puisque le signal réfléchi est seulement autour de 1 dB en dessous du signal incident. Sur ce signal, on note cependant la présence de deux minima vers les fréquences à 130 MHz et 400 MHz. Ces deux minima correspondent aux résonances élastiques générées dans l'échantillon à la fréquence fondamentale et à la troisième harmonique respectivement. Ceci peut être vérifié connaissant l'épaisseur de l'échantillon et la vitesse de propagation des ondes élastiques dans le milieu via la relation (3.2) qui permet de calculer la fréquence fondamentale

$$f_1 = \frac{v}{2d} \tag{3.2}$$

où v est la vitesse du son dans le milieu, f_1 la fréquence fondamentale et d l'épaisseur de l'échantillon.

La vitesse du son dans le PVDF est environ v = 2400 m/s [95]. Avec un échantillon d'épaisseur $d = 9 \,\mu\text{m}$, on peut vérifier que la fréquence fondamentale se trouve bien à 130 MHz.

La récupération de ces deux résonances élastiques seules donne une résolution spatiale de l'ordre de 4 µm qui est bien au dessous de l'objectif visé. Pour pouvoir arriver à une meilleure résolution, il faut détecter des résonances supérieures. Or, avec la taille de


FIGURE 3.9 – Schéma équivalent de l'échantillon à une résonance élastique donnée.

l'échantillon utilisé, ces résonances ne sont pas détectables. Le signal mesuré S_{11} indique que l'échantillon présente deux comportements : une réponse élastique qui se manifeste à travers des résonances détectées et un comportement électrique (l'allure générale du signal) qui est prédominant. La réflexion est plus importante à mesure qu'on monte en fréquence et se rapproche d'un court-circuit ou d'un circuit ouvert. Physiquement, l'échantillon est un isolant placé entre deux électrodes et peut donc être considéré comme une capacité, on se rapproche donc d'un court-circuit.

L'échantillon présente alors une capacité intrinsèque C_0 qui peut être calculée à partir des paramètres physiques : sa permittivité relative ϵ_r , sa surface A et son épaisseur d par

$$C_0 = \frac{\epsilon_r A}{d} \tag{3.3}$$

La capacité intrinsèque de l'échantillon avec l'impédance de la ligne se comportent comme un filtre passe-bas. En conséquence, les résonances élastiques au delà de la fréquence de coupure du filtre ne sont pas observables sur le coefficient de réflexion mesuré.

Du point de vue électrique, à une résonance élastique donnée, on peut représenter l'échantillon par une impédance capacitive Z_C en parallèle avec une branche motionnelle Z_m comme montré par le circuit de la Figure 3.9.

La charge à l'extrémité de la ligne Z_0 est $Z_L = Z_m//Z_C$ où $Z_C = 1/j\omega C_0$. Ainsi Z_L est donnée par

$$Z_L = \frac{Z_m}{1 + j\omega C_0 Z_m} \tag{3.4}$$

Le coefficient de réflexion Γ est donné par

$$\Gamma = \frac{Z_L - Z_0}{Z_L + Z_0} = \frac{\frac{Z_m}{1 + j\omega C_0 Z_m} - Z_0}{\frac{Z_m}{1 + j\omega C_0 Z_m} + Z_0}$$
(3.5)

donc

$$\Gamma = \frac{Z_m - Z_0 (1 + \jmath \omega C_0 Z_m)}{Z_m + Z_0 (1 + \jmath \omega C_0 Z_m)}$$
(3.6)

La relation (3.6) montre qu'on peut détecter l'effet de la branche motionnelle Z_m quand $\omega Z_0 C_0$ tend vers 0 c'est-à-dire quand la capacité C_0 se comporte comme un circuit ouvert. Par contre si $\omega Z_0 C_0$ tend vers ∞ , c'est-à-dire que la capacité C_0 se comporte comme un court-circuit alors Γ tend vers -1. Dans ce cas, la réflexion est totale et il n'est pas possible de voir la trace de la branche motionnelle.

On peut montrer avec quelques développements (détaillés en Annexe D) que pour $|Z_m| \gg 1/\omega C_0$, on arrive à

$$\Gamma = \frac{1 - j\omega C_0 Z_0}{1 + j\omega C_0 Z_0} - \frac{2Z_0/Z_m}{(1 + j\omega C_0 Z_0)^2}$$
(3.7)

La relation (3.7) montre qu'en plus de la réponse capacitive, le coefficient de réflexion comprend un terme qui contient la branche motionnelle Z_m , mais ce terme est atténué rapidement à haute fréquence (inversement proportionnelle à $1/\omega^2$). Si l'impédance de la capacité est importante, ce qui correspond à $\omega Z_0 C_0 \rightarrow 0$, la réponse élastique est plus marquée dans le coefficient de réflexion.

La capacité intrinsèque de l'échantillon gêne la détection des harmoniques d'ordres plus élevés. Pour pouvoir détecter ces harmoniques il faut s'affranchir de l'effet de cette capacité. Une façon simple de procéder est de jouer sur la capacité de l'échantillon. Elle est directement proportionnelle à la surface de l'échantillon comme montré par la relation (3.3). Pour des valeurs de diamètre comprises entre 1 mm et 10 mm, la capacité intrinsèque de l'échantillon augmente de 8.5 pF à 850 pF, ce qui constitue un facteur 100. La fréquence de coupure est plus basse pour les diamètres les plus grands. Elle diminue de 374 MHz pour le diamètre le plus petit à 3.74 MHz pour le diamètre le plus grand.

Ainsi, dans un premier temps, pour réduire l'effet de la capacité intrinsèque qui empêche la détection des résonances de fréquences plus élevées, on peut diminuer la capacité en modifiant la surface de l'échantillon. Des échantillons circulaires tels que montrés sur la Figure 3.10 de diamètre 10 mm, 8 mm, 6 mm, 4 mm, 3 mm, 2 mm et 1 mm ont été découpés et testés.



FIGURE 3.10 – Échantillon PVDF circulaires de différentes tailles.

Diamètre	$10\mathrm{mm}$	$8\mathrm{mm}$	$6\mathrm{mm}$	$5\mathrm{mm}$	$4\mathrm{mm}$	$3\mathrm{mm}$	$2\mathrm{mm}$	$1\mathrm{mm}$
Capacité théorique	$849.5\mathrm{pF}$	$546.7\mathrm{pF}$	$305.8\mathrm{pF}$	$212.4\mathrm{pF}$	$135.9\mathrm{pF}$	$76.4\mathrm{pF}$	$33.9\mathrm{pF}$	$8.5\mathrm{pF}$
Fréquence de coupure	$3.74\mathrm{MHz}$	$5.85\mathrm{MHz}$	$10.40\mathrm{MHz}$	$14.98\mathrm{MHz}$	$23.42\mathrm{MHz}$	$41.63\mathrm{MHz}$	$93.67\mathrm{MHz}$	$374.68\mathrm{MHz}$

TABLE 3.2 - Valeurs de la capacité intrinsèque de l'échantillon PVDF en fonction de son diamètre et la fréquence de coupure du filtre passe-bas ainsi formé.

Les valeurs calculées des capacités intrinsèques des échantillons testés et les fréquences de coupure qui leurs correspondent sont présentées dans le Tableau 3.2.

Les coefficients de réflexion S_{11} des échantillons de diamètre 3 mm, 2 mm et 1 mm sont présentés sur les figures 3.11 à 3.13. Les mesures ne sont pas montrées pour les autres échantillons car la détection n'est pas améliorée. Néanmoins, leurs mesures ont bien confirmé que si la capacité intrinsèque est importante, elle empêche de détecter la réponse élastique.

Ces mesures montrent qu'en réduisant la taille de l'échantillon, on arrive à une meilleure détection des ondes élastiques de plus haute fréquence. Avec les échantillons de 3 mm et 2 mm, on détecte deux et trois résonances, respectivement. Avec l'échantillon le plus petit (1 mm de diamètre), on arrive à détecter quatre résonances c'est-à-dire jusqu'à la septième harmonique autour de 910 MHz. En revanche, on peut constater que l'amplitude des résonances élastiques est réduite en diminuant la taille de l'échantillon. Ceci est le résultat de la réduction du volume de l'échantillon ; moins de matière est déplacée par l'excitation et les ondes élastiques générées sont alors moins fortes, donc consomment moins d'énergie. On serait arrivé à la même conclusion en considérant que la diminution de la surface augmente l'impédance de rayonnement (Relation (3.1)) et donc diminue l'adaptation de l'échantillon avec le câble 50Ω . On note également que seules les harmoniques impaires sont détectées car les harmoniques paires ne participent pas à la réponse élastique de l'échantillon compte tenu de sa symétrie.



FIGURE 3.11 – Coefficient de réflexion S_{11} mesuré avec l'échantillon de diamètre 3 mm. (a) Module du S_{11} en dB. (b) S_{11} en abaque de Smith.



FIGURE 3.12 – Coefficient de réflexion S_{11} mesuré avec l'échantillon de PVDF de 9 µm d'épaisseur et de 2 mm de diamètre. (a) Module du S_{11} en dB. (b) S_{11} en abaque de Smith.



FIGURE 3.13 – Coefficient de réflexion S_{11} mesuré avec un échantillon de PVDF de 9 µm d'épaisseur et de 1 mm de diamètre. (a) Module du S_{11} en dB. (b) S_{11} en abaque de Smith.

On peut vérifier que l'échantillon se comporte comme une capacité avec le signal mesuré en tenant compte de l'écart entre le plan de mesure de l'analyseur après calibration et le plan de l'échantillon. Il suffit de ramener l'impédance mesurée dans le plan de l'échantillon. Le résultat de cette correction pour l'échantillon de 1 mm de diamètre est montré sur la Figure 3.14. La quasi-totalité du signal de réflexion s'étale sur la partie inférieure de l'abaque (réactance capacitive), ce qui confirme l'effet capacitif dominant.



FIGURE 3.14 – Signal réfléchi S_{11} de un échantillon de PVDF de 9 µm d'épaisseur et de 1 mm de diamètre après correction par rapport au plan de mesure.



FIGURE 3.15 – Résonances élastiques détectées sur le coefficient de réflexion S_{11} avec l'échantillon de 1 mm de diamètre.

3.3 Distribution des charges d'espace

La distribution des charges d'espace n'est pas directement obtenue par mesure avec la méthode EAR. Il faut d'abord extraire la réponse élastique du signal mesuré. Ceci revient à extraire les résonances élastiques contenues dans le coefficient de réflexion mesuré (Figure 3.15). Comme les résonances se caractérisent par une signature variant très rapidement avec la fréquence tandis que le fond du signal varie lentement, les résonances élastiques peuvent être simplement extraites par ajustement polynomial. Un polynôme qui reproduit l'allure générale du signal du fond est d'abord calculé. La différence entre le signal mesuré et le polynôme calculé permet d'isoler les résonances élastiques seules.



FIGURE 3.16 – Ajustement polynomial pour extraire les résonances élastiques. Signal mesuré en bleu et courbe d'ajustement en rouge.

Coefficients	Partie réelle	Partie imaginaire
p_1	$-7.2008326 \times 10^{-10}$	$4.2799134 \times 10^{-11}$
p_2	$6.1307239 imes 10^{-8}$	$-4.9769094 \times 10^{-9}$
p_3	$-2.4253713 \times 10^{-6}$	2.5137127×10^{-7}
p_4	5.9191384×10^{-5}	$-7.5084977 \times 10^{-6}$
p_5	$-9.9779329 \times 10^{-4}$	1.5050558×10^{-4}
p_6	1.2326881×10^{-2}	$-2.1651697 \times 10^{-3}$
p_7	-0.11557080	2.3268407×10^{-2}
p_8	0.84014311	-0.19154955
p_9	-4.7975478	1.2271202
p_{10}	21.671727	-6.1750639
p_{11}	-77.618821	24.518562
p_{12}	219.99522	-76.854288
p_{13}	-490.45122	189.59450
p_{14}	850.82462	-365.67049
p_{15}	-1.1294167×10^{3}	545.59228
p_{16}	1.1179740×10^{3}	-619.93780
p_{17}	-791.05283	523.52532
p_{18}	369.06858	-313.51370
p_{19}	-93.587596	117.20584
p_{20}	7.5282274	-15.933657
p_{21}	-2.5120405	-2.8179716
p_{22}	1.0384787	-0.11621904

TABLE 3.3 – Coefficients des polynômes employés pour l'ajustement des parties réelles et imaginaire du signal mesuré correspondant à la Figure 3.16.

La Figure 3.16 montre les modules du polynôme calculé et du signal mesuré. Pour tenir compte de la phase du signal, ce calcul est fait pour les parties réelle et imaginaire du signal mesuré et non pas sur son module. Le polynôme le plus adéquat pour les deux parties réelle et imaginaire est d'ordre n = 21. Il est de la forme suivante :

$$P_n(f) = p_1 f^n + p_2 f^{n-1} + p_3 f^{n-2} + p_4 f^{n-3} + \dots + p_n f + p_{n+1}$$
(3.8)

où la variable est la fréquence f exprimée en gigahertz. Les coefficients p_i pour les deux parties réelle et imaginaire sont présentés dans le Tableau 3.3.

Le module du spectre élastique obtenu est montré sur la Figure 3.17.

L'analyseur de réseaux ne permet pas d'obtenir le spectre jusqu'à la fréquence nulle. Il faut le compléter pour toutes les fréquences plus basses que 50 MHz car elles sont inexistantes dans le spectre mesuré. Pour cela, on fait l'hypothèse que le spectre est nul sur ces fréquences (zero padding). Cette hypothèse n'est pas restrictive car toutes les



FIGURE 3.17 – Module du spectre du signal élastique constitué uniquement des résonances élastiques extraites du signal mesuré représenté sur la Figure 3.16.

informations sont portées par les harmoniques du signal, et donc il n'y a pas d'information utile en dessous de la fréquence fondamentale.

Le signal temporel est finalement obtenu par une transformée de Fourier inverse. Le résultat de ce calcul appliqué au signal mesuré avec l'échantillon le plus petit (spectre sur la Figure 3.17) est montré sur la Figure 3.18. On note la présence de deux pics, de signes opposés séparés par 4 ns en temps. Cette durée correspond au temps pris par les ondes élastiques pour se propager d'un côté à l'autre de l'échantillon. Si on considère la vitesse de ces ondes dans le PVDF (~ 2400 m/s) [95], on trouve 9 µm, ce qui correspond bien à l'épaisseur de l'échantillon testé. La résolution spatiale peut être calculée en conservant le rapport signal sur bruit de la mesure à partir du temps de montée sur le pic d'entrée (variation de 10% à 90% d'amplitude) estimé à $\Delta t = 0.54$ ns. La vitesse du son permet alors de trouver une résolution spatiale de 1.2 µm environ, ce qui est dix fois meilleur que l'existant [96, 97].

La résolution obtenue dépasse les meilleures résolutions obtenues avec les méthodes élastiques conventionnelles. Ceci montre le potentiel de la méthode EAR qui doit permettre d'aller à de meilleures résolutions puisque ce résultat est obtenu avec le signal brut et sans traitement particulier.

Le second point d'intérêt pour les méthodes de mesure de charge d'espace est le rapport signal sur bruit ou RSB. Le RSB est calculé directement à partir de la courbe obtenue en faisant le rapport entre l'amplitude du pic A, et l'amplitude du bruit B. Pour cette mesure, le RSB est supérieur à 20.



FIGURE 3.18 – Signal temporel obtenu par transformée de Fourier inverse

3.4 Sensibilité de la méthode EAR

La sensibilité d'une méthode donnée est sa capacité à détecter un signal utile noyé dans le bruit. Pour étudier la sensibilité, on tient compte de deux paramètres : le niveau de puissance d'excitation le plus bas qui permet de retrouver l'information et le rapport signal sur bruit ou RSB.

3.4.1 Amélioration du RSB pour les méthodes élastiques

L'amélioration du RSB avec les méthodes élastiques consiste à faire la même mesure plusieurs fois. La moyenne de ces mesures sur le nombre de fois qu'elles sont faites permet de réduire le bruit qui est de nature aléatoire et d'améliorer ainsi le rapport signal sur bruit. Si le nombre de mesures est N (facteur de moyennage), l'amélioration est proportionnelle à \sqrt{N} [49]. La méthode EAR est similaire à la PEA mais elle est implémentée dans le domaine fréquentiel. Ainsi, il est légitime de comparer le moyennage de la méthode PEA avec la méthode EAR. Le moyennage avec la PEA consiste à exciter l'échantillon avec une impulsion électrique répétée dans le temps et à faire la mesure après chaque excitation.

3.4.2 Amélioration du RSB pour EAR

La méthode EAR n'est pas une méthode temporelle. Le moyennage ne peut donc pas être fait de la même façon qu'avec les méthodes conventionnelles. Son principe est illustré sur la Figure 3.19. L'impulsion temporelle est reconstituée à partir des différentes fréquences d'excitation. À chaque fréquence, l'excitation correspond ainsi à une fenêtre temporelle de durée τ . Cela revient à appliquer un filtre d'excitation de largeur fréquentielle $BW = 1/\tau$



FIGURE 3.19 – Principe de moyennage avec la méthode EAR. La répétition temporelle est contrôlée par la largeur du filtre d'analyse.

autour de chaque fréquence. Ceci peut être vu comme la convolution d'un peigne de Dirac avec un filtre de bande passante BW.

Si on considère que la fréquence maximale générée est f_N et que les points fréquentiels sont séparés d'un pas f_s , le signal qui lui correspond dans le domaine temporel est alors une série d'impulsions séparées de $1/f_s$. La durée de chaque impulsion est $1/f_N$ et la série s'étale sur une durée totale de 1/BW. Ainsi le nombre équivalent d'impulsions N peut être calculé par

$$N = 2 \frac{f_s}{BW} \tag{3.9}$$

Ainsi, on dispose d'un contrôle du facteur de moyennage via la bande passante du filtre d'analyse à la fréquence intermédiaire (IF). L'analyseur de réseaux HP8722ES permet de fixer la largeur de cette bande à quatre valeurs : 6 kHz, 3 kHz, 30 Hz et 10 Hz. Le nombre maximal de points fréquentiels est 1601. Le temps de balayage pour ce nombre de points en fonction de la largeur du filtre est donné dans le Tableau 3.4

Pour estimer la sensibilité de la méthode EAR, on baisse graduellement le niveau de la puissance d'excitation jusqu'à ne plus pouvoir distinguer le signal utile du bruit. On règle la largeur du filtre par la suite pour voir si le moyennage permet de récupérer le signal. Pour cela des niveaux de puissance de -10 dBm à -60 dBm ont été testés. L'échantillon testé pour vérifier la sensibilité est l'échantillon de 1 mm de diamètre [98]. Avec -50 dBm, le signal mesuré avec une largeur du filtre à 3 kHz est complètement noyé dans le bruit



FIGURE 3.20 – Mesure avec une excitation de -50 dBm et une détection avec un filtre de 3 kHz de largeur (a) Coefficient $|S_{11}|$. (b) Signal temporel calculé.

comme le montre la Figure 3.20. On constate que le signal temporel calculé est beaucoup moins bruité avec les largeurs du filtre de 30 Hz et 10 Hz comme le montrent les figures 3.21 et 3.22.



FIGURE 3.21 – Mesure avec une excitation de -50 dBm et une détection avec un filtre de 30 Hz de largeur. (a) Coefficient $|S_{11}|$. (b) Signal temporel calculé.



FIGURE 3.22 – Mesure avec une excitation de -50 dBm et une détection avec un filtre de la geur. (a) Coefficient $|S_{11}|$. (b) Signal temporel calculé.

On peut remarquer que le bruit sur le signal temporel obtenu dans les trois cas est relativement élevé. Ceci provient des fréquences supérieures présentes dans la mesure mais qui ne contribuent pas à l'information sur la charge d'espace. Un filtrage Gaussien avec une fréquence de coupure à 1 GHz permet d'enlever le bruit introduit à ces fréquences sans réduire la bande passante du signal utile. Les figures 3.23, 3.24 et 3.25 montrent le signal temporel après application du filtre Gaussien pour les trois cas de moyennage.

Même si la méthode EAR a une approche fréquentielle et que le moyennage temporel habituel n'est plus applicable, la réduction du bruit dans la mesure reste possible en réduisant la largeur du filtre IF. Ceci permet de retrouver l'information même avec une excitation très basse de $-50 \, dBm$, ce qui correspond à 1 mV crête en tension appliquée. Les résultats présentés démontrent une nette amélioration du rapport signal-sur-bruit avec une largeur du filtre de 10 Hz. Il est à noter que le facteur de moyennage équivalent est assez élevé en comparaison avec les méthodes temporelles avec néanmoins un temps de mesure raisonnable. Un RSB de l'ordre de 55 peut être constaté avec le dernier résultat. Le Tableau 3.4 résume les données des trois cas.

Filtre	$3\mathrm{kHz}$	$30\mathrm{Hz}$	10 Hz
Temps de balayage	$3.2242\mathrm{s}$	$54.632\mathrm{s}$	$2 \min 49 \mathrm{s}$
Facteur de moyennage	1656	165625	495875
RSB	/	13	55

TABLE 3.4 – Temps de balayage, facteur de moyennage et RSB pour les trois largeurs du filtre IF.



FIGURE 3.23 – Signal temporel avec une excitation de -50 dBm et une détection avec un filtre de 3 kHz de largeur après application d'un filtre gaussien au spectre élastique.



FIGURE 3.24 – Signal temporel avec une excitation de -50 dBm et une détection avec un filtre de 30 Hz de largeur après application d'un filtre gaussien au spectre élastique.



FIGURE 3.25 – Signal temporel avec une excitation de -50 dBm et une détection avec un filtre de 10 Hz de largeur après application d'un filtre gaussien au spectre élastique.

3.5 Bilan

Les résultats exposés dans ce chapitre montrent qu'il est possible d'obtenir des informations sur la distribution des charges d'espace avec la méthode EAR. L'excitation et la mesure sont faites dans le domaine fréquentiel et sous forme électrique. Le signal réfléchi mesuré contient la réponse élastique de l'échantillon. Cette réponse élastique détectée est d'abord extraite puis le signal temporel est calculé par transformée de Fourier inverse. Le résultat obtenu montre que la méthode EAR détecte bien le dipôle permanent dans le PVDF avec une résolution spatiale d'environ $1.2 \,\mu\text{m}$, avec un dispositif de mesure commercial.

L'avantage avec la méthode EAR est le contrôle direct de la bande passante pour l'excitation et pour la mesure, ce qui permet d'aller à des résolutions spatiales élevées. Cette méthode est totalement électrique, par conséquent, les couplages élastiques utilisés avec les méthodes élastiques conventionnelles ne sont plus nécessaires. Étant donné que la mesure est faite à la source du signal mesuré, la réponse élastique est plus forte en comparaison avec celle des méthodes élastiques conventionnelles car pour ces dernières la réponse élastique doit traverser les différents couplages élastiques (ou thermiques) et se trouve finalement atténuée au point de mesure.

La puissance de l'excitation avec la méthode EAR n'est pas considérable. Les résultats montrés sont obtenus avec une excitation de -10 dBm qui est équivalente à 0.1 V avec un système 50Ω . Des mesures ont été faites par la suite à des niveaux de puissance beaucoup plus bas pour situer la performance de cette méthode par rapport aux méthodes

existantes. On a montré que la méthode EAR est capable de sonder les charges d'espace même avec une très basse puissance d'excitation, $-50 \,dBm$ équivalent à 1 mV. Un bon rapport signal-sur-bruit autour de 55 est obtenu, notamment après l'application d'un filtre gaussien éliminant le bruit à haute fréquence.

L'échantillon testé est du PVDF d'épaisseur 9 µm et les résultats obtenus sont encourageants. Toutefois, pour pouvoir caractériser des échantillons dix fois plus fins, il faut encore améliorer la bande passante, au delà de 1 GHz. La méthode EAR doit donc être améliorée afin de détecter les résonances élastiques des ordres supérieurs. Pour cela, il faut repousser plus haut la fréquence de coupure du filtre passe-bas formé par la capacité intrinsèque de l'échantillon et l'impédance imposée par le système de mesure.

Chapitre 4

Compensation de la capacité

Sommaire

4.1 In:	fluence de la capacité
4.2 Si	mulation de l'adaptation d'impédance 90
4.3 Sy	stème d'adaptation d'impédance
4.3.1	1 Stub
4.3.2	2 Moteur
4.3.3	3 Système mécanique
4.3.4	4 Carte électronique
4.4 Ca	${ m aract{\acute{e}risation}}~{ m du}~{ m stub}$
4.5 M	$esures \ldots 101$
4.6 Sy	${ m nth}$ èse

4.1 Influence de la capacité

On a vu dans le chapitre précédent que la capacité intrinsèque de l'échantillon de PVDF de $9 \,\mu\text{m}$ d'épaisseur et de 1 mm de diamètre, empêche la détection des harmoniques au delà de 1 GHz. On ne peut pas réduire infiniment la taille de l'échantillon pour s'affranchir de sa capacité. Si on considère une résonance quelconque, l'admittance de la branche motionnelle Y_m peut être écrite selon

$$Y_m = G + \jmath (B_{mL} + B_{mC}) \tag{4.1}$$

où G est la conductance, soit la partie réelle de l'admittance Y_m . La partie imaginaire contient la susceptance B_{mL} de l'inductance L et la susceptance B_{mC} de la capacité C.

En tenant compte de la susceptance de la capacité intrinsèque de l'échantillon B_{C_0} , l'admittance totale est donnée par :

$$Y_t = Y_m + Y_{C_0} = G + j(B_{mL} + B_{mC} + B_{C_0})$$
(4.2)

À la résonance élastique, la branche motionnelle est purement réelle et on a $B_{mL} + B_{mC} = 0$. Si on arrive à introduire une partie imaginaire qui annule la susceptance de la capacité, on peut détecter la réponse élastique G indépendamment de la capacitance de l'échantillon.

D'un point de vue électrique, une inductance L_0 en série ou en parallèle avec l'échantillon peut être utilisée pour éliminer la capacité. L'impédance d'une inductance est donnée par Z_{L_0} et celle d'une capacité est donnée par Z_{C_0} . On a

$$Z_{L_0} = \jmath \omega L_0 \tag{4.3}$$

$$Z_{C_0} = \frac{1}{j\omega C_0} = -\frac{j}{\omega C_0} \tag{4.4}$$

La condition pour que la partie inductive et la partie capacitive se compensent est $\omega L_0 = 1/\omega C_0$. La valeur de l'inductance qui compense la capacité dépend alors de la fréquence et doit donc être variable. Ce cas de figure est illustré sur la Figure 4.1(a) pour une résonance représentée par la branche motionnelle Z_m . On a donc

$$L_0 = \frac{1}{\omega^2 C_0} \tag{4.5}$$



FIGURE 4.1 – Compensation d'impédance. (a) Avec une inductance variable. (b) Avec un stub en court-circuit.

Aux fréquences de travail utilisées, il est plus judicieux d'utiliser un stub à la place de l'inductance variable. L'idée est d'éliminer la partie imaginaire dans l'impédance vue par l'appareil de mesure et qui est due à la capacité intrinsèque. En se référant à la théorie des lignes de transmission [99], la longueur du stub et sa terminaison déterminent l'impédance introduite par celui-ci. Pour un stub en court-circuit tel que montré sur la Figure 4.1(b), l'impédance Z_s introduite par une longueur l, en supposant la ligne sans pertes est donnée par

$$Z_s = Z_0 \eta \tan(\beta l) \tag{4.6}$$

$$Y_s = \frac{Y_0}{j\tan(\beta l)} \tag{4.7}$$

où Z_0 est l'impédance de la ligne, β est le coefficient de propagation calculé selon la relation $\beta = 2\pi f/v_{\phi}$ connaissant la vitesse de phase v_{ϕ} de l'onde électromagnétique dans la ligne et la fréquence de travail f. La relation (4.6) est l'expression de l'impédance ramenée donnée en Annexe C pour le cas d'une impédance terminale en court-circuit.

En technologie coaxiale, il est plus facile de connecter le stub avec l'échantillon en configuration parallèle. L'admittance équivalente est la somme des deux admittances. L'objectif est d'avoir la susceptance équivalente nulle. La condition pour trouver la valeur de la longueur du stub qui compense la capacité pour chaque fréquence de mesure est :

$$j\omega C_0 + \frac{Y_0}{j\tan(\beta l)} = 0 \tag{4.8}$$

Donc

$$l = \frac{\arctan(1/\omega C_0 Z_0)}{\beta} \tag{4.9}$$

Les figures 4.2(a) et 4.2(b) montrent la longueur du stub calculée à l'aide de l'équation (4.9) sur les intervalles de fréquences de 100 MHz à 1 GHz et de 1 GHz à 2 GHz, respectivement, pour les échantillons de diamètres 1 mm, 2 mm, 3 mm et 4 mm. On peut constater que la longueur du stub qui compense la capacité est inversement liée à la capacité de l'échantillon. Elle est plus importante à basse fréquence et diminue rapidement jusqu'à 400 MHz puis elle varie plus lentement avec la fréquence. Cette variation sur l'ensemble de l'intervalle de fréquence est plus lente quand la capacité est plus importante. Par exemple pour l'échantillon de 4 mm de diamètre, la valeur de la longueur du stub varie de 100 mm à 1 mm entre 100 MHz et 1 GHz et varie peu autour de 1 mm entre 1 GHz et 2 GHz. Ceci signifie qu'il faut avoir une très bonne précision sur la longueur du stub pour pouvoir compenser la capacité intrinsèque. En revanche, avec l'échantillon de diamètre 1 mm, cette variation est plus rapide. Néanmoins, on voit qu'à basse fréquence, les valeurs de la longueur sont trop importantes pour un cas pratique car cela revient à avoir un stub d'une longueur minimale de 600 mm, ce qui est peu réaliste. Pour l'échantillon en PVDF, il est souhaitable de détecter les résonances au delà de 1 GHz. Théoriquement, la neuvième harmonique se situe autour de 1.13 GHz et la onzième autour de 1.38 GHz. La Figure 4.2(b) permet de connaître la variation de la longueur du stub sur les bandes de fréquences où ces deux harmoniques sont situées en l'occurrence de 1 GHz à 1.2 GHz et de 1.2 GHz et 1.4 GHz, respectivement. Par exemple, pour l'échantillon de diamètre 1 mm, ces variations sont de 17 mm à 12 mm et de 12 mm à 9 mm, respectivement.

Ainsi, pour détecter les résonances élastiques dans ces deux gammes de fréquences, il faut faire varier graduellement la longueur du stub connecté en parallèle avec l'échantillon. Ce calcul suppose que le plan de référence à partir duquel la longueur du stub est mesurée est le plan de mesure où est branché l'échantillon. Si le plan de mesure et le plan de référence pour la longueur ne sont pas au même point, il faut tenir compte de l'écart entre ces deux plans.

En supposant que la compensation de la capacité intrinsèque C_0 est bien faite, à la résonance, la branche motionnelle est purement réelle et il ne reste que la réponse de sa résistance de rayonnement R dans le coefficient de réflexion. Cela veut dire qu'à la résonance on a :

$$\Gamma = \frac{R - 50}{R + 50} \tag{4.10}$$



FIGURE 4.2 – Intervalles de variation de la longueur du stub pour compenser la capacité intrinsèque pour 4 cas d'échantillon. (a) Bande de fréquences de 100 MHz à 1 GHz. (b) Bande de fréquences de 1 GHz à 2 GHz.



FIGURE 4.3 – Variation de l'impédance de rayonnement de l'échantillon en fonction de son diamètre.

Si $R \ll 50 \Omega$, $\Gamma \to -1$ et si $R \gg 50 \Omega$, $\Gamma \to 1$. C'est une réflexion totale dans les deux cas et il est alors impossible de savoir s'il y a une résonance élastique ou pas. Une capacité purement imaginaire donne la même réponse. La résistance de rayonnement R peut être estimée pour le PVDF en connaissant son coefficient piézoélectrique, la surface de l'échantillon et en supposant une impédance élastique faible pour les deux milieux adjacents (interfaces libres) avec la relation (3.1). La Figure 4.3 montre les valeurs calculées de cette impédance en fonction du diamètre de l'échantillon PVDF. L'impédance de rayonnement est inversement proportionnelle à la surface de l'échantillon. Elle a des valeurs autour de 50 Ω pour un diamètre entre 1.5 mm et 2 mm. On doit choisir l'échantillon dont le diamètre est proche de ces valeurs pour voir l'effet de la compensation de la capacité sur le coefficient de réflexion en entrée ($\Gamma \to 0$).

4.2 Simulation de l'adaptation d'impédance

Dans un premier temps, on fait une simulation d'un modèle simplifié de l'échantillon avec le logiciel ADS. Chaque résonance élastique est représentée par une branche motionnelle et la capacité intrinsèque est supposée en parallèle avec ces branches motionnelles (Figure 4.4). Les éléments des branches motionnelles sont calculés pour avoir des résonances élastiques proches de celles qui sont mesurées. La résistance R des branches motionnelles et



FIGURE 4.4 – Compensation de la capacité intrinsèque de l'échantillon avec un stub en parallèle. Simulation avec un modèle approximatif de l'échantillon sous ADS.

la capacité C_0 correspondent à celles d'un échantillon PVDF de 2 mm, en diamètre. Le coefficient de réflexion est simulé sans et avec la capacité. Les résultats sont montrés sur les figures 4.5 à 4.8.

Le coefficient de réflexion montré sur les figures 4.5 et 4.6 présente des résonances élastiques à peu près aux mêmes endroits que celles qui sont détectées sur la mesure brute soit, la fondamentale, la 3^{ème} harmonique, la 5^{ème} harmonique et la 7^{ème} harmoniques. La 9^{ème} et la 11^{ème} harmoniques sont attendues autour de 1.17 GHz et 1.4 GHz, respectivement. On peut tout de suite constater l'effet de la capacité en parallèle qui représente la capacité intrinsèque de l'échantillon sur les figures 4.7 et 4.8. On voit bien que cette capacité a pour effet de réduire la profondeur des résonances jusqu'à ce qu'elles soient complètement atténuées et donc non détectables. Il est à noter toutefois que ce circuit n'est pas fidèle au comportement réel de l'échantillon. On voit bien sur les courbes simulées que le signal est complètement plat en dehors des résonances et ceci ne correspond pas à la mesure réelle. Néanmoins, cette simulation permet de comprendre le comportement lié à la capacité intrinsèque.

Pour simuler la compensation de la capacité intrinsèque, un stub terminé en court-circuit est introduit en parallèle avec le circuit. La longueur de ce stub peut être ajustée à chaque fréquence sur la base de la capacité intrinsèque C_0 supposée. Le coefficient de réflexion S_{11} est simulé pour chaque valeur de la longueur du stub. On retrouve sur la Figure 4.9 globalement le résultat de la Figure 4.5.



FIGURE 4.5 – Coefficient de réflexion simulé avec le modèle sans la capacité intrinsèque C_0 .



FIGURE 4.6 – Coefficient de réflexion simulé avec le modèle sans la capacité intrinsèque C_0 en abaque de Smith.



FIGURE 4.7 – Coefficient de réflexion simulé avec le modèle avec la capacité intrinsèque C_0 .



freq (50.00MHz to 1.600GHz)

FIGURE 4.8 – Coefficient de réflexion simulé avec le modèle avec la capacité intrinsèque C_0 en abaque de Smith.



FIGURE 4.9 – Coefficient de réflexion simulé avec le modèle approximatif et la compensation avec un stub de longueur calculée exactement à chaque fréquence pour compenser la capacité intrinsèque de l'échantillon.

Les résonances élastiques sont bien retrouvées quand la capacité est exactement compensée par le stub. Cependant, en pratique cette approche fonctionne uniquement si le comportement électrique de l'échantillon est purement capacitif et la capacité intrinsèque est parfaitement connue. Le modèle électrique donné précédemment est très simplifié et en pratique, comme le montrent les mesures brutes présentées dans le Chapitre 3, on ne peut pas considérer le comportement électrique de l'échantillon comme purement capacitif. Ceci est notamment dû à d'autres paramètres comme le point de touche qui intervient dans le comportement électrique de l'échantillon. Il n'est pas facile d'établir un modèle satisfaisant qui réplique précisément le comportement de l'échantillon. Ainsi, si on détermine la longueur du stub en partant de la valeur de la capacité intrinsèque, l'erreur sur la valeur calculée peut au contraire faire empirer le problème.

Pour contourner ce problème sans connaître la valeur de C_0 , on peut procéder de manière plus systématique. La longueur du stub peut être ajustée avec un pas régulier et le coefficient de réflexion est mesuré pour chaque longueur. Ceci peut être d'abord vérifié par simulation. La Figure 4.10 montre le coefficient de réflexion simulé avec cette approche où on retrouve bien les résonances élastiques présentes sur la Figure 4.5. La longueur du stub varie entre 0 et 19 cm avec un pas régulier de 0.1 mm. Ce résultat montre qu'il est possible d'appliquer cette approche pour détecter les résonances.

Ce résultat de simulation montre des niveaux de réflexion différents d'une résonance à une autre quoique les branches motionnelles aient les mêmes résistances de rayonnement. Ceci est dû au fait que le pas fréquentiel n'est pas suffisamment fin. Si on focalise la



FIGURE 4.10 – Coefficient de réflexion simulé avec le modèle approximatif et une compensation avec un stub en parallèle de longueur modifiée par pas régulier.

simulation autour d'une fréquence de résonance quelconque, on observe un motif formé par 2 pics vers le bas. Sur la Figure 4.11, le coefficient de réflexion S_{11} est montré pour les deux harmoniques 9 et 11 pour deux valeurs de la résistance de rayonnement. La partie intéressante est comprise entre les pics et correspond à la résonance élastique. Le niveau de -19 dB obtenu pour une résistance de rayonnement de 40Ω correspond bien à (40 - 50)/(40 + 50) = -0.11 = -19 dB. De même le niveau -8 dB pour une résistance de rayonnement de 20Ω correspond bien à (20 - 50)/(20 + 50) = -0.43 = -7.4 dB. Ainsi, on retrouve bien les résonances mécaniques de l'échantillon et leur amplitude dans les mesures.

Les résultats de la Figure 4.11 sont obtenus avec un pas de déplacement sur le stub de 0.01 mm, ce qui a donné un ensemble de courbes de réflexion très lisses. On peut vérifier que la précision sur le pas de déplacement peut modifier les résultats de simulation.

La Figure 4.12 et la Figure 4.13 montrent les courbes de réflexion obtenues pour la $9^{\text{ème}}$ et la $11^{\text{ème}}$ harmoniques avec un pas de 0.1 mm et 1 mm, respectivement. Sans changer le pas fréquentiel, la plage de fréquence est réduite à l'affichage afin de distinguer les différentes courbes. Ces résultats montrent un résultat prévisible à savoir que plus le pas de déplacement est grand moins la résonance est détectée. Avec un pas de 1 cm, ces deux résonances sont quasiment indétectables. Ainsi, pour une bonne détection, le pas de déplacement sur la longueur du stub doit être précis.



FIGURE 4.11 – Coefficient de réflexion S_{11} simulé. (a) Autour de l'harmonique 9 avec $R = 40 \Omega$. (b) Autour de l'harmonique 9 avec $R = 20 \Omega$. (b) Autour de l'harmonique 11 avec $R = 40 \Omega$. (b) Autour de l'harmonique 11 avec $R = 20 \Omega$.



FIGURE 4.12 – Courbes du coefficient de réflexion S_{11} avec un pas de déplacement de 0.1 mm. (a) Autour de l'harmonique 9. (b) Autour de l'harmonique 11.



FIGURE 4.13 – Courbes du coefficient de réflexion S_{11} avec un pas de déplacement de 1 mm. (a) Autour de l'harmonique 9. (b) Autour de l'harmonique 11.



FIGURE 4.14 – Schéma fonctionnel du système de compensation d'impédance.

4.3 Système d'adaptation d'impédance

Le schéma fonctionnel du système de compensation implémenté est montré sur la Figure 4.14. Le circuit d'adaptation (le stub en court-circuit) est branché en parallèle avec le porte-échantillon car cette configuration est plus simple avec la géométrie coaxiale des câbles du système de mesure. Un contrôleur programmable commandé via Matlab permet d'ajuster la longueur du stub.

4.3.1 Stub

La structure du stub employé (de *Maury Microwave*) est montrée sur la Figure 4.15. Il est composé de trois parties essentielles : un conducteur central, un conducteur externe et un anneau métallique qui joue le rôle du court-circuit qui glisse sur le conducteur central en le connectant au conducteur externe. Le diélectrique entre les deux conducteurs est de l'air et les diamètres des deux parties métalliques concentriques permettent d'avoir une impédance caractéristique de 50Ω .



FIGURE 4.15 – Schéma du stub en court-circuit.



FIGURE 4.16 – Moteur pas-à-pas My5002 de Astrosyn.

4.3.2 Moteur

Comme expliqué précédemment, le pas entre deux positions du court-circuit sur le stub doit être très petit. Un moteur pas-à-pas assure une grande précision sur les déplacements. Le moteur employé est un MY5002 de Astrosyn (Figure 4.16) avec un pas de 1.8° en rotation c'est-à-dire 200 pas par tour. Le moteur pas à pas est couplé à une tige filetée du système mécanique et la fait tourner. Le pas de la vis est de 1 mm, aussi la précision du déplacement est au mieux de 5 µm.

4.3.3 Système mécanique

Le système mécanique conçu sert de support pour le stub et assure le transfert du mouvement du moteur vers le stub. Son schéma est montré sur la Figure 4.17. Le support du système comporte deux pièces, un galet à billes glisse sur deux tiges latérales. Une tige filetée couplée au moteur traverse le galet et permet de le déplacer en tournant. Un tour du moteur correspond à un tour de la tige filetée et correspond à un 1 mm de déplacement linéaire pour la longueur du stub.



FIGURE 4.17 – Système mécanique transformant la rotation du moteur en translation sur le stub.

4.3.4 Carte électronique

Une carte électronique TMC-351 de TMC (*Trinamic Motion Control*) est utilisée (Figure 4.18). Elle permet de piloter trois axes de mouvement grâce un contrôleur programmable et trois drivers, un seul axe est suffisant dans notre cas. Elle est commandée en temps réel



FIGURE 4.18 – Carte TMC-351.

en mode ASCII par Matlab avec des commandes du langage TMCL (*Trinamic Motion Control Language*) spécifiques à la carte via une interface USB série. La carte permet de faire fonctionner le moteur en mode micro-résolution où le moteur tourne avec un pas plus petit que 1.8°.

Le montage complet de la compensation par stub est montré sur la Figure 4.19. Une transition est spécialement conçu pour adapter la géométrie du stub à la connectique coaxiale. Un connecteur en T permet de brancher le stub en parallèle avec le porte-échantillon.



 $\mbox{Figure 4.19}-\mbox{Banc}$ de mesure motorisé pour la compensation de la capacité intrinsèque de l'échantillon.



FIGURE 4.20 – Comportement du stub sur la bande de fréquence cible. (a) Coefficient de réflexion en abaque de Smith. (b) Coefficient de réflexion en dB.

4.4 Caractérisation du stub

Pour s'assurer que le stub n'introduit pas d'artefacts pendant la mesure avec l'échantillon, une caractérisation est d'abord faite avec le stub tout seul. Sur la plage de fréquence de 1 GHz à 1.5 GHz, le stub est tiré de la longueur nulle jusqu'à sa longueur maximale de 19.1 cm avec un pas de 1 mm. La mesure du coefficient de réflexion est faite après chaque pas. Le résultat de cette manipulation est montré sur la Figure 4.20. On voit que sur cette plage de fréquences, la longueur du stub est suffisante pour faire le tour de l'abaque de Smith, ce qui veut dire que l'admittance introduite par le stub a une partie imaginaire qui varie sur toutes les valeurs possibles. On constate néanmoins, que le stub introduit jusqu'à -0.5 dB de pertes mais vu les niveaux d'adaptation ciblés, ce niveau de pertes n'est pas gênant.

4.5 Mesures

L'objectif est de détecter des résonances plus élevées, soit au dessus de 1 GHz. Les mesures sont faites dans cette zone autour des fréquences harmoniques attendues avec 1601 points de fréquences pour avoir un bon pas fréquentiel. Contrairement à la simulation, faire varier la longueur du stub avec un pas linéaire de 0.01 mm jusqu'à sa longueur maximale risque de prendre trop longtemps. C'est pour cela que la mesure est faite par intervalles. Pour une bande de fréquences choisie, différents intervalles de variation de la longueur sont balayés.

Ainsi, une série d'intervalles de 2 cm chacun est utilisé. Il est à noter que ces intervalles de longueurs ne correspondent pas aux valeurs théoriques. Le calcul des valeurs théoriques supposent que l'échantillon et le stub soient dans le plan d'étalonnage, ce qui n'est pas le cas en pratique. Le plan d'étalonnage est à une distance de 5 cm environ du stub et de 3 cm de l'échantillon. Pour chaque intervalle, l'acquisition des données se fait après chaque pas de déplacement. La mesure totale pour une bande de fréquences autour d'une harmonique consiste en la superposition des courbes du coefficient de réflexion mesurées chacune après un pas de déplacement.



FIGURE 4.21 – Module du coefficient de réflexion $|S_{11}|$ mesuré avec la compensation. Détection de l'harmonique 9.

Les mesures brutes du coefficient de réflexion S_{11} avec ce système pour les bandes de fréquences de 1 GHz à 1.2 GHz et de 1.2 GHz à 1.4 GHz sont montrées sur les figures 4.21 et 4.23 et leurs représentations sur l'abaque de Smith sont montrées sur les figures 4.22 et 4.24, respectivement. Les courbes de la Figure 4.21 correspondent à celles obtenues pour des variations de la longueur du stub entre 4 cm et 6 cm et celle de la Figure 4.23 pour des variations de la longueur du stub entre 2 cm et 4 cm.



FIGURE 4.22 – Le coefficient de réflexion S_{11} mesuré autour de l'harmonique 9 avec la compensation affiché en abaque de Smith.



FIGURE 4.23 – Module du coefficient de réflexion $|S_{11}|$ mesuré avec la compensation. Détection de l'harmonique 11.

La neuvième harmonique est attendue autour de 1.17 GHz et la onzième autour de 1.43 GHz. Les deux résonances détectées sur les coefficients de réflexion présentés sur

les Figures 4.21 (en diagramme de Smith sur la Figure 4.22) et 4.23 (en diagramme de Smith sur la Figure 4.24) sont autour de 1.12 GHz et 1.37 GHz. Ces résultats obtenus sont légèrement différents de ceux obtenus par simulation. En effet, les résonances ne sont pas proprement détectées et les courbes présentent des niveaux de réflexion moindres en dehors de la résonance. Ceci peut être attribué aux pertes introduites par le stub ou à des pertes résistives propre à l'échantillon et qui ne sont pas prises en compte dans le modèle théorique simplifié simulé. D'autre part, le système motorisé peut présenter des défauts liés à la précision des déplacements.



FIGURE 4.24 – Le coefficient de réflexion S_{11} mesuré autour de l'harmonique 11 avec la compensation affiché en abaque de Smith.

Des mesures ont été faites avec un stub fabriqué au laboratoire LPEM. Un exemple est montré sur la Figure 4.25 où on voit les deux zones de résonances autour des fréquences 1.13 GHz et 1.36 GHz. La forme détectée notamment autour de 1.36 GHz correspond à la forme attendue et qu'on trouve par simulation.



FIGURE 4.25 – Détection des zones de résonances aux harmoniques 9 et 11 avec un stub.

4.6 Synthèse

On a démontré que la capacité intrinsèque de l'échantillon gêne la détection des harmoniques supérieures à la 7^{ème} harmonique. Les simulations faites avec le logiciel ADS ont permis de constater cet effet avec un circuit dont le comportement électrique est proche de celui de l'échantillon. L'objectif étant d'éliminer ou de minimiser l'effet de la capacité intrinsèque, un stub en court-circuit est introduit en parallèle avec le circuit. Un stub est choisi pour faire cette compensation car c'est plus judicieux pour les fréquences élevées. L'ajustement de la longueur du stub par un pas fixe suffisamment petit et en ayant une bonne résolution fréquentielle permet d'obtenir des courbes comportant les signatures de toutes les résonances simulées. Pour la mise en œuvre de la compensation de la capacité intrinsèque de l'échantillon, un système d'adaptation d'impédance motorisé a été conçu et développé. Un moteur pas à pas piloté par une carte électronique TMC permet d'ajuster la longueur du stub. Les harmoniques visées sont la 9^{ème} et la 11^{ème} qui se situent dans les plages de fréquences de 1 GHz à 1.2 GHz et de 1.2 GHz à 1.4 GHz, respectivement. Les résultats des premières mesures sont prometteurs. Les courbes obtenues comportent les signatures des deux harmoniques recherchées. Ces résultats sont légèrement différents de ceux de la simulation mais ceci peut être dû au fait que le modèle simulé est très simplifié et ne tient pas comptes des pertes diélectriques. Il est à noter que l'impédance de rayon-
nement de l'échantillon PVDF employé est proche de 50Ω , ce qui explique le niveau de réflexion observé. L'observation des zones de résonances plus hautes que 1 GHz montre la possibilité d'améliorer la détection. La conception d'un système dédié pour cette mesure est envisageable.

Il est cependant nécessaire d'obtenir des précisions mécaniques très grandes pour obtenir une reproductibilité de la position du stub.

Conclusion et perspectives

Les charges d'espace dans les matériaux isolants provoquent la distorsion du champ électrique. De ce fait, elles contribuent à l'accélération du vieillissement électrique de ces matériaux et peuvent même conduire à la rupture diélectrique. Les conséquences peuvent s'avérer très graves dans le domaine de la distribution de l'énergie électrique notamment, où tous les secteurs économiques peuvent être affectés.

Actuellement, la transition énergétique imposée par le contexte environnemental consiste à introduire des sources d'énergies propres telles que le solaire et l'éolien pour la production de l'énergie électrique. Ces sources sont généralement dans des zones éloignées des points de distribution et de consommation. Pour pouvoir transporter l'énergie électrique sur de longues distances tout en minimisant les pertes, le régime HVDC est incontournable. Toutefois, la conversion vers le régime alternatif est nécessaire pour la distribution. Les convertisseurs employés contiennent des films isolants en couche mince dont l'épaisseur ne cesse d'être réduite pour répondre aux besoins de miniaturisation. Ces films en couche minces sont soumis à de forts champs électriques qui provoquent l'injection des charges d'espace dans le volume de ces films. Les charges d'espace peuvent aussi provenir du matériau lui même par dissociation des molécules qui le composent par exemple. Les imperfections inhérentes au matériau favorisent le stockage et l'accumulation des charges d'espace avec le temps. Pour éviter les problèmes liés aux charges d'espace, il est nécessaire d'évaluer l'évolution des charges d'espace dans ces films afin de caractériser leur performance.

Les effets des charges d'espace dans les isolants ont été constatés il y a bien longtemps et plusieurs méthodes ont été développées afin d'étudier leur distribution spatiale. Les méthodes dites non destructives, notamment la méthode thermique et les méthodes élastiques, permettent le suivi de l'évolution des charges d'espace dans le temps et sont ainsi les meilleures candidates pour déterminer la distribution spatiale des charges d'espace dans les films isolants. La résolution spatiale nécessaire pour l'étude des films en couche mince est sub-micrométrique or la résolution spatiale disponible par ces méthodes est de quelques micromètres. Son amélioration est très difficile compte tenu de la façon dont sont implémentées ces méthodes. Pour les méthodes élastiques, cela demande une instrumentation avec une bande passante très large. Pour la méthode thermique, la résolution est meilleure à l'interface d'excitation et se détériore avec la diffusion thermique. Ceci est un problème intrinsèque au mécanisme de la méthode thermique elle-même et ne peut pas être résolu sans connaître la distribution de la température dans l'échantillon à tout instant et à chaque position.

Cette thèse vise à proposer une nouvelle méthode qui puisse répondre à ce nouveau besoin. Cette méthode est appelée Reflectométrie Électro-Acoustique (EAR). Le travail effectué a consisté à tester la faisabilité de cette méthode. La méthode EAR utilise une excitation dans le domaine fréquentiel et non pas dans le domaine temporel. Elle fait appel à une instrumentation micro-onde. L'échantillon est soumis à une excitation sinusoïdale à différentes fréquences. Cette approche permet de construire la bande passante large nécessaire pour la haute résolution à partir de bandes étroites et successives.

Contrairement aux méthodes conventionnelles, notamment la PEA, la méthode EAR ne mesure pas le signal élastique généré dans l'échantillon par l'excitation électrique mais elle mesure le signal électrique réfléchi par l'échantillon au moment de l'excitation. Étant donné qu'une partie de l'énergie d'excitation est convertie en énergie élastique, le signal électrique réfléchi contient la trace de cette conversion considérée comme une perte par rapport à l'excitation. C'est cette signature qui permet de retrouver la distribution des charges dans le matériau.

Dans ce travail, un banc de mesure constitué d'un analyseur de réseaux, d'un porteéchantillon et d'une interface d'acquisition de données, est utilisé pour valider le nouveau concept de mesure proposé par la méthode EAR. Le matériau PVDF est choisi comme échantillon test car il contient un dipôle permanent qui peut être assimilé à un plan de charges et il a une impédance de rayonnement compatible avec les contraintes imposées par les instruments micro-onde commerciaux, contrairement aux isolants non piézoélectriques.

Les résultats des mesures faites au cours de ce travail montrent que le signal électrique réfléchi donné par le S_{11} contient bien une réponse élastique, laquelle s'ajoute à la réponse diélectrique du matériau. Seule la réponse élastique est utile pour trouver l'information sur les charges d'espace. Ainsi, pour arriver à la distribution des charges d'espace, le signal élastique est d'abord extrait en utilisant le fait qu'il n'est pas sur le même support fréquentiel que la réponse diélectrique. Ensuite, une transformée de Fourier inverse lui est appliquée pour revenir dans le domaine temporel.

La méthode EAR est *tout-électrique* car l'excitation et le signal mesuré sont de nature électrique. Les différents couplages élastiques employés aux interfaces de l'échantillon par les méthodes élastiques conventionnelles et qui causent la dispersion du signal à haute

fréquence, ne sont plus nécessaires car ce n'est pas l'onde générée qui est mesurée mais l'énergie qu'elle a consommé dans l'excitation. Il s'agit donc d'une mesure à la source du signal, ce qui évite les pertes dans la chaine de mesure.

Les résultats obtenus dans ce travail sont prometteurs. Le signal temporel obtenu montre que le dipôle de charges dans le PVDF est très bien détecté avec une résolution de $1.2 \,\mu\text{m}$ et un rapport signal-sur-bruit qui dépasse 20, ce qui est bien supérieur à l'existant.

Pour évaluer les performances de la méthode EAR, sa sensibilité a été explorée. La puissance d'excitation a été baissée tout en affinant la bande passante du filtre de résolution (FI) de l'appareil de mesure jusqu'à ce que le signal soit noyé dans le bruit. La puissance minimale qui permet de détecter le signal est ainsi située à -50 dBm. L'application ultérieure d'un filtre passe-bas gaussien au signal obtenu permet de réduire le bruit dû aux hautes fréquences et améliore le rapport signal-sur-bruit.

La capacité intrinsèque de l'échantillon combinée à l'impédance du système de mesure gêne la détection des résonances élastiques au delà de 1 GHz car elles se comportent comme un filtre passe-bas. La détection des résonances d'ordre supérieur est primordiale pour aller au delà de la résolution spatiale actuelle de la méthode EAR. Une approche est proposée pour tenter de résoudre ce problème. Elle consiste à minimiser l'effet de la capacité en introduisant une réactance inductive avec un stub en court-circuit, branché en parallèle avec l'échantillon sous test. La faisabilité de cette approche a d'abord été vérifiée par simulation sous le logiciel ADS avant sa mise en œuvre. Un système de compensation a ensuite été conçu et implémenté. La longueur du stub qui fixe la valeur de la partie inductive introduite est ajustée à l'aide d'un système mécanique motorisé piloté avec une carte électronique contrôlée par ordinateur.

Les résultats obtenus avec cette approche montrent qu'il est possible de détecter des résonances élastiques supérieures notamment la 9^{ime} autour de 1.12 GHz et la 11^{ime} harmoniques autour de 1.37 GHz. Cependant, pour augmenter encore la fréquence, le système avec le stub dans son état actuel n'est pas adéquat. Plus la fréquence est haute, meilleure doit être la précision sur les déplacements. Or, la partie responsable du mouvement en translation dans le système de compensation présente des défauts qui empêchent la précision souhaitée.

Le système de mesure développé pour tester la méthode EAR n'est pas encore mature. Pour terminer la mise au point de cette méthode, plusieurs voies peuvent être explorées. La compensation de la capacité n'est pas parfaitement maîtrisée. Une première étape dans l'amélioration du système de mesure de la méthode EAR consisterait à caractériser le comportement électromagnétique du porte-échantillon et de l'optimiser s'il affecte la mesure. Ensuite des améliorations doivent être apportées à l'élément responsable de la compensation ou le remplacer par une inductance variable. Dans ce cas, il sera nécessaire de concevoir un porte-échantillon approprié.

L'objectif ultime est de caractériser les charges d'espace dans les matériaux isolants très fins. Le matériau testé dans ce travail est du PVDF qui est un isolant piézoélectrique et qui présente des conditions optimales pour la détection du signal élastique. Pour les échantillons testés, la résistance de rayonnement est proche de 50 Ω . Cependant, la résistance des films isolants non piézoélectriques est plus élevée et la première résonance pour les films dont l'épaisseur est de l'ordre des centaines de nanomètres se trouve au delà de 1 GHz. Donc, même si le système est optimisé pour monter en fréquence, la détection d'une résonance dans le signal réfléchi sera difficile. Si, l'impédance de rayonnement de l'échantillon est très importante devant 50 Ω , la réflexion est totale même à la résonance. C'est pour cela que dans ce cas, il sera très difficile de distinguer une résonance du comportement global.

Tous les instruments de mesure existant ont une impédance d'entrée et une impédance de sortie égales à 50 Ω . Il faudra alors concevoir un système de mesure dédié et adapté à l'impédance de rayonnement des échantillons fins. Le système doit avoir une impédance très faible afin de s'affranchir de l'effet de la capacité intrinsèque de l'échantillon et être ainsi capable d'appliquer une tension à l'échantillon à toutes les fréquences. D'autre part, l'impédance d'entrée du système doit être au même niveau que l'impédance de rayonnement de l'échantillon, afin de pouvoir détecter les résonances par la mesure en réflexion. En même temps, le système doit être doté d'un moyen pour appliquer une tension de polarisation continue nécessaire avec les matériaux isolants non piézoélectriques.

On peut aussi imaginer une autre configuration qui consisterait à exciter l'échantillon avec une tension à différentes fréquences grâce à une impédance de sortie du système de mesure très faible et mesurer le spectre du courant électrique généré via une impédance d'entrée très faible. Un traitement sera alors nécessaire pour séparer les composantes du courant qui sont dues aux charges d'espace de celles qui sont dues aux charges images.

Une autre approche consisterait à se servir des techniques radiofréquences où l'échantillon est éclairé par une onde électromagnétique rayonnée par une antenne hyperfréquence avec balayage en fréquence. Une partie de l'énergie incidente se propagera dans l'échantillon tandis qu'une autre partie sera réfléchie. La mesure de cette onde réfléchie permettra de connaître le comportement de l'échantillon et d'en déduire la réponse élastique.

Enfin, une cavité résonante réglable et bien caractérisée peut être employée. L'échantillon est mis à l'intérieur de la cavité qui est réglée pour chaque fréquence d'excitation. L'échantillon présent à l'intérieur va modifier la réponse électrique de la cavité et cette modification peut être utilisée pour remonter à la distribution des charges d'espace. Finalement, on peut conclure que la démonstration de la méthode EAR faite dans ce travail ouvre de nouveaux horizons pour la mesure des charges d'espace et en même temps, demande un travail d'implémentation technique dont les directions peuvent être très diverses.

Bibliographie

- J. Lewiner, "Space charge and polarization in insulators : a long history with a promising future," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 17, pp. 1096–1105, Aug. 2010.
- [2] B. Hilczer and J. Malecki, *Electrets.* No. 14 in Studies in electrical and electronic engineering, Amsterdam; New York : Warszawa : Elsevier; PWN-Polish Scientific Publishers, 1986.
- [3] L. A. Utracki, "History of commercial polymer alloys and blends (from a perspective of the patent literature)," *Polymer Engineering and Science*, vol. 35, pp. 2–17, Jan. 1995.
- [4] E. H. Nicollian and J. R. Brews, MOS (metal oxide semiconductor) physics and technology. New York : Wiley, 1982.
- [5] "PlasticsEurope Plastics the Facts 2016."
- [6] C. Laurent, "Diélectriques solides et charge déspace," Techniques de l'ingénieur Matériaux isolants en électrotechnique, May 2010.
- [7] G. Teyssedre and L. Boudou, "Polymères et composites pour llectrotechnique," *Tech*niques de l'ingénieur Matériaux isolants en électrotechnique, May 2010.
- [8] J. Perret, "Study of the Dielectric Breakdown of Insulating Mineral Oils under Impulse Voltages," *IEEE Transactions on Electrical Insulation*, vol. EI-16, pp. 339–345, Aug. 1981.
- [9] B. Wang, L. Jian, B. Du, and Z. Zhang, "Study on the stability and viscosity of Fe3o4 nano-particles vegetable insulating oils," pp. 307–310, IEEE, Sept. 2012.
- [10] A. Ciuriuc, L. M. Dumitran, P. V. Notingher, L. V. Badicu, R. Setnescu, and T. Setnescu, "Lifetime estimation of vegetable and mineral oil impregnated paper for power transformers," pp. 720–723, IEEE, July 2016.
- [11] I. L. Hosier, J. Gu, W. Chotchuangchutchavel, and A. S. Vaughan, "Effect of viscosity and water content on the breakdown strength of vegetable oils," pp. 1–4, IEEE, June 2014.

- [12] J. P. Jiang, B. X. Du, X. L. Li, B. Cui, H. Xu, Mingli Fu, and Shuai Hou, "Space charge measurement of vegetable oil filled with BN nanoparticles by thermal step method," pp. 176–179, IEEE, July 2016.
- [13] J. Li, Z. Zhang, P. Zou, S. Grzybowski, and M. Zahn, "Preparation of a vegetable oilbased nanofluid and investigation of its breakdown and dielectric properties," *IEEE Electrical Insulation Magazine*, vol. 28, pp. 43–50, Sept. 2012.
- [14] A. Nagashree, V. Champa, B. Sumangala, and G. Nagabhushana, "Suitability of natural vegetable seed oil as liquid dielectric coolant in an insulation system," pp. 429– 434, IEEE, Dec. 2015.
- [15] T. Oommen, "Vegetable oils for liquid-filled transformers," *IEEE Electrical Insulation Magazine*, vol. 18, pp. 6–11, Jan. 2002.
- [16] K. Wakino, Y. Tsujimoto, K. Morimoto, and N. Ushio, "Technological progress in materials application for electronic capacitors in Japan," *IEEE Electrical Insulation Magazine*, vol. 6, pp. 29–43, May 1990.
- [17] C. Cshuegraf and H. Chenming, "Reliability of thin SiO 2," Semiconductor science and tehcnology, vol. 9, no. 5, p. 989, 1994.
- [18] M. Barrera, J. PlÃ_i, C. Bocchi, and A. Migliori, "Antireflecting passivating dielectric films on crystalline silicon solar cells for space applications," *Solar Energy Materials* and Solar Cells, vol. 92, pp. 1115–1122, Sept. 2008.
- [19] J. Fothergill, G. Montanari, G. Stevens, C. Laurent, G. Teyssedre, L. Dissado, U. Nilsson, and G. Platbrood, "Electrical, microstructural, physical and chemical characterization of hv xlpe cable peelings for an electrical aging diagnostic data base," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 10, pp. 514–527, June 2003.
- [20] J. Crine, "A molecular model to evaluate the impact of aging on space charges in polymer dielectrics," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 4, pp. 487–495, Oct. 1997.
- [21] S. W. Rowe, "Electrical Ageing of Composites : An Industrial Perspective," pp. 401– 406, IEEE, July 2007.
- [22] H. R. Zeller and W. R. Schneider, "Electrofracture mechanics of dielectric aging," *Journal of Applied Physics*, vol. 56, pp. 455–459, July 1984.
- [23] H. Zeller, T. Baumann, and F. Stucki, "Microscopic models for ageing in solid dielectrics," pp. 13–15, IEEE, 1988.
- [24] H. A. Alghamdi, G. Chen, and A. S. Vaughan, "Comparison of two schools of polymeric ageing models : Causes and effects of space charge," pp. 827–830, IEEE, Oct. 2012.

- [25] J. V. Turnhout, P. Klaase, P. Ong, and L. Struik, "Physical aging and electrical properties of polymers," vol. 3, no. 1, pp. 171–179, 1977.
- [26] A. Von Hippel, "Electric Breakdown of Solid and Liquid Insulators," Journal of Applied Physics, vol. 8, pp. 815–832, Dec. 1937.
- [27] F. Chapeau, C. Alquie, J. Lewiner, H. Auclair, and R. Jocteur, "Influence of the manufacturing process of LDPE on the build up of a space charge distribution under electric stress," pp. 180–185, IEEE, Nov. 1986.
- [28] R. Fournie, J. Perret, P. Recoupe, and Y. Le Gall, "Water treeing in polyethylene for high voltage cables," pp. 110–115, IEEE, June 1978.
- [29] P. Mamy, L. Boudou, and J. Martinez-Vega, "Correlation between electrical conduction and mechanical deformation induced by an electrical field to PET," vol. 2, pp. 615–618, IEEE, 2004.
- [30] P. R. Mamy, J. Martinez-Vega, J. C. Dupre, and N. Bretagne, "Quantification of mechanical deformations induced by an electric field in a semicrystalline organic insulator," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 93, pp. 2313–2321, Sept. 2004.
- [31] T. Tung, L. Berquez, L. Boudou, and J. Martinez-Vega, "Measurement of full-field deformation induced by a dc electrical field in organic insulator films," *EPJ Web of Conferences*, vol. 6, p. 31008, 2010.
- [32] Y. Zhang, J. Lewiner, C. Alquie, and N. Hampton, "Evidence of strong correlation between space-charge buildup and breakdown in cable insulation," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 3, pp. 778–783, Dec. 1996.
- [33] F. Zheng, Y. Zhang, J. Xia, and C. Xiao, "Relationship between Applied Mechanical Stress and Space Charge Breakdown," pp. 975–978, IEEE, June 2006.
- [34] C. Coudray and G. Blaise, "Charge trapping induced electromechanical energy," *Journal of Applied Physics*, vol. 80, pp. 5248–5255, Nov. 1996.
- [35] T. Anh, L. Berquez, L. Boudou, and J. Martinez-Vega, "Effect of trapped space charge on mechanical deformation induced by electric field," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 18, pp. 1416–1422, Oct. 2011.
- [36] T. Anh, L. Becquez, L. Boudou, and J. M. Vega, "Experimental cartographies of mechanical deformations induced by a dc electrical field in organic insulator films," *European Journal of Electrical Engineering*, vol. 14, pp. 525–543, Aug. 2011.
- [37] T. Anh, L. Berquez, L. Boudou, and J. Martinez-Vega, "Space charge accumulation and induced mechanical deformation in organic insulator films," pp. 1–4, IEEE, July 2010.

- [38] L. Dissado, G. Mazzanti, and G. Montanari, "The incorporation of space charge degradation in the life model for electrical insulating materials," *IEEE Transactions* on Dielectrics and Electrical Insulation, vol. 2, pp. 1147–1158, Dec. 1995.
- [39] T. Anh, F. Roig, P. Notingher, J. Habas, V. Lapinte, S. Agnel, J. Castellon, A. Allais, L. Kebbabi, and L. Keromnes, "Investigation of space-charge build-up in materials for HVDC cable insulation in relationship with manufacturing, morphology and crosslinking by-products," pp. 440–443, IEEE, June 2013.
- [40] N. Hussin and G. Chen, "The Effect of Acetophenone and alpha-Methylstyrene on the Space Charge Properties of Low Density Polyethylene," pp. 702–705, IEEE, Oct. 2008.
- [41] M. Ieda, "Electrical conduction and carrier traps in polymeric materials," pp. 1–33, IEEE, July 1983.
- [42] T. Lewis, "The physico-chemical origins and nature of space charge in insulating solids under electrical stress," pp. 223–227, IEEE, 2001.
- [43] Y. Murata, "Traces of electron transfer on polymer surface after electrified by contact or friction," pp. 747–750, IEEE, 1990.
- [44] R. Fleming, "Space charge profile measurement techniques : recent advances and future directions," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 12, pp. 967–978, Oct. 2005.
- [45] J. Lewiner, "Evolution of Experimental Techniques for the Study of the Electrical Properties of Insulating Materials," *IEEE Transactions on Electrical Insulation*, vol. EI-21, pp. 351–360, June 1986.
- [46] S. Bauer, S. Bauer-Gogonea, "Current practice in space charge and polarization profile measurement using thermal techniques," *IEEE Transactions on Dielectrics* and Electrical Insulation, pp. 883–902, 2003.
- [47] A. Gupta and C. C. Reddy, "Critical issues in space charge estimation using PEA system," pp. 94–97, IEEE, Sept. 2016.
- [48] L. H. Pearson, J. R. Dennison, E. W. Griffiths, and A. C. Pearson, "PEA System Modeling and Signal Processing for Measurement of Volume Charge Distributions in Thin Dielectric Films," *IEEE Transactions on Plasma Science*, pp. 1–10, 2017.
- [49] S. Holé, "Resolution of direct space charge distribution measurement methods," IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, pp. 861–871, 2008.
- [50] R. A. Creswell and M. M. Perlman, "Thermal Currents from Corona Charged Mylar," *Journal of Applied Physics*, vol. 41, pp. 2365–2375, May 1970.

- [51] J. V. Turnhout, "Thermally Stimulated Discharge of Polymer Electrets," Polymer Journal, vol. 2, pp. 173–191, Mar. 1971.
- [52] C. Bucci and R. Fieschi, "Ionic Thermoconductivity. Method for the Investigation of Polarization in Insulators," *Physical Review Letters*, vol. 12, pp. 16–19, Jan. 1964.
- [53] M. Kohno, T. Kitajima, H. Okada, S. Hirae, and T. Sakai, "Noncontact Measurement of Sodium Ions in Silicon Oxide," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 41, pp. 2266–2275, Apr. 2002.
- [54] H. Naik and T. P. Chow, "Comparison of AC I-V characteristic of Si and SiC MOS-FETs," pp. 1–4, IEEE, Aug. 2012.
- [55] K. Datta, S. R. Biswas, E. Rahman, A. Shadman, and Q. D. M. Khosru, "Capacitance-voltage(C-V) characteristics of InGaAs/InAs/InGaAs quantum well MOSFET," pp. 709–712, IEEE, June 2015.
- [56] L. Boyer, P. Notingher, and S. Agnel, "Characterization of a Trench-Gated IGBT using the split C-V Method," pp. 2055–2060, IEEE, Feb. 2009.
- [57] L. Boyer, B. Rousset, P. Notingher Jr., S. Agnel, and J.-L. Sanchez, "Measurement of Charge Evolution in Oxides of DC Stressed MOS Structures," pp. 1–8, IEEE, Oct. 2010.
- [58] R. L. Peterson, G. W. Day, P. M. Gruzensky, and R. J. Phelan, "Analysis of response of pyroelectric optical detectors," *Journal of Applied Physics*, vol. 45, pp. 3296–3303, Aug. 1974.
- [59] R. E. Collins, "Distribution of charge in electrets," Applied Physics Letters, vol. 26, pp. 675–677, June 1975.
- [60] R. E. Collins, "Spatial distribution of charge within electrets," pp. 29–36, IEEE, Nov. 1975.
- [61] R. E. Collins, "Analysis of spatial distribution of charges and dipoles in electrets by a transient heating technique," *Journal of Applied Physics*, vol. 47, pp. 4804–4808, Nov. 1976.
- [62] S. Holé, T. Ditchi and J. Lewiner, "Non-destructive methods for space charge distribution measurments : What are the differences?," *IEEE Transactions on Dielectrics* and Electrical Insulation, pp. 670–677, 2003.
- [63] N. Balcon, D. Payan, M. Belhaj, T. Tondu, and V. Inguimbert, "Secondary Electron Emission on Space Materials : Evaluation of the Total Secondary Electron Yield From Surface Potential Measurements," *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 40, pp. 282–290, Feb. 2012.

- [64] B. Vallayer, G. Blaise, and D. Treheux, "Space charge measurement in a dielectric material after irradiation with a 30 kV electron beam : Application to single-crystals oxide trapping properties," *Review of Scientific Instruments*, vol. 70, pp. 3102–3112, July 1999.
- [65] S. Bauer, "Direct evaluation of thermal-pulse, thermal-step, and thermal-wave results for obtaining charge and polarization profiles," pp. 170–175, IEEE, 1994.
- [66] S. Bauer, "Method for the analysis of thermal-pulse data," *Physical Review B*, vol. 47, pp. 11049–11055, May 1993.
- [67] S. Lang and R. Fleming, "A Comparison of Three Techniques for Solving the Fredholm Integral Equation of the Laser Intensity Modulation Method (LIMM)," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 16, pp. 809–814, June 2009.
- [68] S. Lang, "A new technique for solving the integral equation of the surface laser intensity modulation method (SLMM)," pp. 183–188, IEEE, 1996.
- [69] S. Lang, "New accurate technique for solving the LIMM equation and a comparison with other methods," pp. 25–28, IEEE, 2002.
- [70] S. Lang, "Regularization method for solution of integral equation of laser intensity modulation method (LIMM) and its experimental verification," pp. 374–377, IEEE, 1991.
- [71] S. B. Lang and D. K. Das-Gupta, "Laser-intensity-modulation method : A technique for determination of spatial distributions of polarization and space charge in polymer electrets," *Journal of Applied Physics*, vol. 59, pp. 2151–2160, Mar. 1986.
- [72] R. E. Collins, "Practical application of the thermal pulsing technique to the study of electrets," *Journal of Applied Physics*, vol. 51, pp. 2973–2986, June 1980.
- [73] A. Toureille and J. Reboul, "The thermal-step-technique applied to the study of charge decay in polyethylene thermoelectrets," pp. 23–27, IEEE, 1988.
- [74] S. B., Lang, "Laser intensity modulation method (LIMM) : Review of the fundamentals and a new method for data analysis," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, pp. 3–12, 2004.
- [75] J. Lewiner, "Direct determination of space charge distributions in dielectrics : The pressure wave propagation method," *Proceedings of the 3rd international conference* on conduction and breakdown in solid dielectrics, pp. 548–554, 1989.
- [76] P. Laurençeau, G. Dreyfus, and J. Lewiner, "New Principle for the Determination of Potential Distributions in Dielectrics," *Physical Review Letters*, vol. 38, pp. 46–49, Jan. 1977.

- [77] C. Alquie, F. Chapeau, and J. Lewiner, "Evolution of charge distributions in F.E.P. films analysed by the laser induced acoustic pulse method," pp. 488–494, IEEE, Oct. 1984.
- [78] R. Gerhard-Multhpault, G. Sessler, J. West, K. Holdik, M. Haardt, and W. Eisenmenger, "Investigation of piezoelectricity distributions in poly(vinylidene fluoride) by means of quartz- or laser-generated pressure pulses," *Journal of Applied Physics*, vol. 55, pp. 2769–2775, Apr. 1984.
- [79] S. Holé and J. Lewiner, "Single transducer generation of unipolar pressure waves," *Applied Physics Letters*, vol. 69, pp. 3167–3169, Nov. 1996.
- [80] S. Holé and J. Lewiner, "Design and optimization of unipolar pressure pulse generators with a single transducer," *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 104, pp. 2790–2797, Nov. 1998.
- [81] S. Holé, C. Alquie, and J. Lewiner, "Real time measurement of space charge evolution in polyethylene under rapidly varying voltage stress," vol. 1, pp. 80–83, IEEE, 1997.
- [82] W. Eisenmenger and M. Haardt, "Observation of charge compensated polarization zones in polyvinylindenfluoride (PVDF) films by piezoelectric acoustic step-wave response," *Solid State Communications*, vol. 41, pp. 917–920, Mar. 1982.
- [83] T. Maeno, H. Kushibe, T. Takada, and C. M. Cooke, "Pulsed electro-acoustic method for the measurement of volume charges in E-beam irradiated PMMA," pp. 389–397, IEEE, Oct. 1985.
- [84] T. Maeno, T. Futami, H. Kushibe, T. Takada and C. M. Cooke, "Measurement of spatial charge distribution in thick dielectrics using the pulsed electroacoustic method," *IEEE Transactions Electrical Insulation*, 1988.
- [85] E. Motyl, "The step-electro-acoustic method for observation of the interfacial charges in insulators," vol. 2000, pp. 259–264, IEE, 2000.
- [86] K. Kumaoka, T. Kato, H. Miyake, and Y. Tanaka, "Development of space charge measurement system with high positionalal resolution using pulsed electro acoustic method," pp. 389–392, IEEE, June 2014.
- [87] L. Galloy, L. Berquez, F. Baudoin, and D. Payan, "High-resolution pulsed electroacoustic (HR PEA) measurement of space charge in outer space dielectric materials," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 23, pp. 3151–3155, Oct. 2016.
- [88] G. Dagher, S. Holé, J. Lewiner, "A prelimenary study of space charge distribution measurements at nanometer spatial resolution," *IEEE Transactions on Dielectrics* and Electrical Insulation, pp. 1036–1041, 2006.

- [89] G. Dagher , S. Holé , J. Lewiner, "Towards nanometer resolution for space charge distribution measurments," *International Symposium on Dielectrics*, pp. 204–207, 2005.
- [90] G. Teyssedre, C. Villeneuve, P. Pons, L. Boudou, K. Makasheva, and B. Despax, "Challenges in probing space charge at sub-micrometer scale," pp. 234–237, IEEE, Oct. 2012.
- [91] C. Filloy-Corbrion, C. Boue, E. Géron, T. Ditchi, J. Lucas, S. Holé, P. Notingher, S. Agnel, D. Marty-Dessus, L. Berquez, and G. Teyssedre, "Surface temperature measurement for space charge distribution measurements with thermal methods," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 22, pp. 1506–1511, June 2015.
- [92] C. Filloy-Corbrion, S. Hole, P. Notingher, S. Agnel, L. Berquez, and D. Marty-Dessus, "Simultaneous measurement of surface temperature and space charge distribution with thermal pulse method," pp. 53–54, IEEE, July 2016.
- [93] C. Corbrion, S. Hole, P. Notingher, S. Agnel, L. Berquez, and D. Marty-Dessus, "Temperature profile estimation for high spatial resolution space charge measurement with thermal pulse methods," pp. 173–175, IEEE, Sept. 2017.
- [94] D. Royer and E. Dieulesaint, *Elastic waves in solids*. Advanced texts in physics, Berlin; New York : Springer, 2000.
- [95] F. Foster, K. Harasiewicz, and M. Sherar, "A history of medical and biological imaging with polyvinylidene fluoride (PVDF) transducers," *IEEE Transactions on Ul*trasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, vol. 47, pp. 1363–1371, Nov. 2000.
- [96] L. Hamidouche, E. Géron, and S. Holé, "Very high spatial resolution space charge measurement using electro-acoustic reflectometry (EAR)," *IEEE Electrical Insulation Magazine*, vol. 33, pp. 9–16, Sept. 2017.
- [97] L. Hamidouche, E. Géron, and S. Holé, "Electro-Acoustic Reflectometry, a new method toward very high spatial resolution space charge measurements," pp. 46–48, IEEE, July 2016.
- [98] L. Hamidouche, E. Géron, and S. Holé, "Electro-acoustic reflectometry : Reaching high spatial resolution and high sensitivity for space charge measurements," pp. 219– 222, IEEE, Sept. 2017.
- [99] D. M. Pozar, Microwave engineering. Hoboken, NJ: Wiley, 4th ed ed., 2012. OCLC: ocn714728044.

Annexes

Sommaire

Annexe	A $\ldots \ldots 122$	
Annexe	Annexe B	
B.1	Hypothèses sur les charges	
B.2	Couplage électro-élastique	
Annexe	Annexe C	
Annexe	Annexe D	

Annexe A

Compte tenu de tous les effets (polarisation, électrostriction et piézoélectricité) qui peuvent être présents dans un matériau isolant sous un champ électrique ou une contrainte mécanique, les équations d'état peuvent s'écrire :

$$\begin{cases} T = cS + \frac{1}{2}\epsilon E^2 - \frac{1}{2}aE^2 - eE\\ D = \epsilon E + aSE + eS \end{cases}$$
(A.1)

À l'application d'un champ électrique variable E donné par

$$E = E_0 + \delta E \tag{A.2}$$

La contrainte mécanique peut s'écrire :

$$T = cS + \frac{1}{2}\epsilon(E_0^2 + 2E_0\delta E + \delta E^2) - \frac{1}{2}a(E_0^2 + 2E_0\delta E + \delta E^2) - e(E_0 + \delta E)$$
(A.3)

Les termes qui correspondent au champ électriques sont E_0 qui est constant, δE qui varie avec un pulsation ω et δE^2 qui varie avec une pulsation 2ω .

On peut supposer donc l'existence de trois termes dans les expressions de la contrainte et de la déformation :

$$\begin{cases} T = T_0 + \delta T + \delta^2 T \\ S = S_0 + \delta S + \delta^2 S \end{cases}$$
(A.4)

où T_0 est une contrainte constante, δT est une contrainte qui varie avec une pulsation ω et δT^2 est une contrainte qui varie avec une pulsation 2ω . De même pour l'expression de la déformation, S_0 est une déformation constante, δS est une déformation qui varie avec une pulsation ω et δS^2 est une déformation qui varie avec une pulsation 2ω .

On s'intéresse uniquement aux termes dynamiques de 1^{er} ordre puisque le régime est harmonique synchrone (une seule fréquence d'excitation et de mesure). On a donc

$$\delta T = c\delta S + \epsilon E_0 \delta E - aE_0 \delta E - e\delta E = c\delta S - \underbrace{(e + (a - \epsilon)E_0)}_{e^*} \delta E$$
(A.5)

De même pour le déplacement électrique

$$D = \epsilon (E_0 + \delta E) + aS(E_0 + \delta E) + eS$$
(A.6)

La variation du champ δE peut venir soit d'une variation de la tension soit de la déformation. Si elle est uniquement due à la variation de la tension, on a $\delta E|_{S=0} = -\delta V/d$ et si elle est uniquement due à la déformation, on a $\delta E|_{\delta V} = -E_0 u/d = -E_0 S$. Ainsi, on peut réécrire le déplacement électrique D

$$D = \epsilon (E_0 + \delta E|_{S=0} - E_0 S) + aS(E_0 + \delta E) + eS$$
(A.7)

$$D = \epsilon (E_0 + \delta E|_{S=0} - E_0 (S_0 + \delta S + \delta^2 S)) + a(S_0 + \delta S + \delta^2 S) (E_0 + \delta E) + e(S_0 + \delta S + \delta^2 S)$$
(A.8)

Si on considère uniquement les termes du 1^{er} ordre compte tenu de l'excitation et de la mesure harmonique, on a

$$\delta D = \epsilon \delta E + aS_0 \delta E - \epsilon E_0 \delta S + a\delta S E_0 + e\delta S = \underbrace{(\epsilon + aS_0)}_{\epsilon^*} \delta E + \underbrace{(e + aE_0 - \epsilon E_0)}_{e^*} \delta S \quad (A.9)$$

Le terme aS_0 correspond à la variation de la permittivité due à la déformation statique de l'échantillon sous tension. Ainsi, il est regroupé avec ϵ . En effet ($\epsilon + aS_0$) est la permittivité de l'échantillon sous contrainte, c'est-à-dire sa permittivité effective ϵ^* au moment de la mesure.

Finalement, comme on s'intéresse à la contrainte et au déplacement à une seule fréquence en régime harmonique, on peut réécrire l'équation d'état (A.1) en remplaçant δT par Tet δD par D, δS par S et on garde δE pour distinguer le terme de l'excitation :

$$\begin{cases} T = cS - e^* \delta E \\ D = \epsilon^* \delta E + e^* S \end{cases}$$
(A.10)

On a le coefficient piézoélectrique effectif $e^* = e + (a - \epsilon)E_0$ et la permittivité effective $\epsilon^* = (\epsilon + aS_0).$

Annexe B

B.1 Hypothèses sur les charges

Le cas décrit est celui d'un échantillon contenant un plan de charges et soumis à une tension appliquée. On suppose que la permittivité ϵ dans le matériau est uniforme. On va d'abord traiter le cas d'un échantillon contenant une charge et sans tension appliquée, le cas d'un échantillon sans charge et avec une tension appliquée, puis le cas qui englobe les deux cas précédents. L'objectif est de trouver les points sources (charges) dans l'échantillon.

B.1.1 Avec charge et sans tension appliquée



FIGURE B.1 – Répartition de charges dans l'isolant en l'absence d'une tension appliquée. La charge σ dans le volume de l'échantillon induit des charges σ_1 et σ_2 sur les électrodes.

Supposons une charge σ_0 à la position x_s dans un échantillon d'épaisseur d. Sans tension appliquée, le champ moyen dans le matériau est nul. Il s'ensuit que

$$\int_0^d E dx = 0 \implies \int_0^d \epsilon E dx = \int_0^d D dx = 0$$
(B.1)

où D est le déplacement électrique moyen dans l'échantillon.

Sachant que

$$\sigma_0 = D_2 - D_1 \tag{B.2}$$

où D_1 et D_2 sont les déplacements électriques moyens qui apparaissent en l'absence d'un champ appliqué dans les régions $0 < x < x_s$ et $x_x < x < d$, respectivement.

On peut calculer les valeurs des déplacements électriques D_1 et D_2 qui apparaissent en absence du champ électrique comme suit :

$$\begin{cases} D_1 x_x + D_2 (d - x_s) = 0\\ \sigma_0 = D_2 - D_1 \end{cases}$$
(B.3)

La résolution de ce système donne

$$\begin{cases} D_1 = -\frac{\sigma_0(d - x_s)}{d} & \text{pour } x < x_s \\ D_2 = \frac{\sigma_0 x_s}{d} & \text{pour } x > x_s \end{cases}$$
(B.4)

Ainsi les charges induites sur les électrodes, en supposant que le champ électrique en dehors de l'échantillon est nul, (Figure B.1) sont

$$\begin{cases} \sigma_1 = D1 - 0 = -\frac{\sigma_0(d - x_s)}{d} & \text{en } x = 0\\ \sigma_2 = 0 - D_2 = -\frac{\sigma_0 x_s}{d} & \text{en } x = d \end{cases}$$
(B.5)

B.1.2 Avec une tension appliquée et sans charge



FIGURE B.2 – Échantillon soumis à une tension sans charge dans le volume.

Maintenant, s'il n'y a pas de charge dans le matériau et qu'une tension est appliquée, un champ électrique uniforme est créé dans l'échantillon (Figure B.2). On peut vérifier que :

$$\int_{0}^{d} Ddx = \int_{0}^{d} \epsilon E dx = -\epsilon V_{app} \tag{B.6}$$

D'où

$$D = -\frac{\epsilon}{d} V_{app} \tag{B.7}$$

Dans ce cas, on trouve deux sources de charges, σ_3 et σ_4 , situées en x = 0 et x = d, respectivement, tout en supposant que le champ électrique en dehors de l'échantillon est nul :

$$\begin{cases} \sigma_3 = D - 0 = -\frac{\epsilon}{d} V_{app} & \text{en } x = 0\\ \sigma_4 = 0 - D = \frac{\epsilon}{d} V_{app} & \text{en } x = d \end{cases}$$
(B.8)

B.1.3 Avec une tension appliquée et une charge à la position x_s

Dans le cas où un plan de charge σ_0 est situé à la position x_s et une tension V_{app} est appliquée (Figure B.3)

On voit apparaître 5 sources de charges.

$$\begin{cases} \sigma_0 & \text{en } x_s \\ \sigma_1 = -\frac{\sigma_0(d-x_s)}{d} & \text{en } x = 0 \\ \sigma_2 = -\frac{\sigma_0 x_s}{d} & \text{en } x = d \\ \sigma_3 = -\frac{\epsilon}{d} V_{app} & \text{en } x = 0 \\ \sigma_4 = \frac{\epsilon}{d} V_{app} & \text{en } x = d \end{cases}$$
(B.9)



FIGURE B.3 – Charge supposée à la position x_s dans l'échantillon avec une tension appliquée. Deux déplacements électriques moyens D_1 , D_2 apparaissent dans l'échantillon.

On peut calculer les déplacements moyens D_1 et D_2 qui sont maintenant différents des deux cas précédents dans les deux régions $0 < x < x_s$ et $x_s < x < d$ comme suit :

On a

$$\begin{cases} \int_{0}^{d} Ddx = D_{1}x_{s} + D_{2}(d - x_{s}) = \epsilon \int_{0}^{d} Edx = -\epsilon V_{app} \\ \sigma_{0} = D_{2} - D_{1} \end{cases}$$
(B.10)

La résolution de ce système permet de trouver les déplacements moyens

$$\begin{cases} D_1 = -\frac{\epsilon V_{app} + \sigma_0 (d - x_s)}{d} \\ D_2 = -\frac{\epsilon V_{app} - \sigma_0 x_s}{d} \end{cases}$$
(B.11)

B.2 Couplage électro-élastique

On considère un échantillon d'épaisseur d contenant une charge σ à la position x_s . Cet échantillon est soumis à une tension appliquée $V_{app} = V_0 + \delta V$.

Le couplage électro-acoustique est décrit par les équations d'état qui relient les grandeurs électriques aux grandeurs élastiques données par

$$\begin{cases} T = cS - e^*E\\ D = \epsilon^*E + e^*S \end{cases}$$
(B.12)

Où T est la contrainte mécanique, c est la raideur du matériau, u est le déplacement élastique (de la matière), e^* est le coefficient piézoélectrique effectif sous la tension appliquée, δE est la variation du champ électrique appliqué, D est le déplacement électrique total dans le matériau, ϵ^* est la permittivité effective sous la contrainte appliquée, $E = E_0 + \delta E$ est le champ électrique appliqué. On peut les réécrire en tenant compte de uniquement la variation du champ électrique δE en régime harmonique. On a

$$\begin{cases} T = c \frac{\partial u}{\partial x} + D_0 \delta E & \text{pour la contrainte mécanique} \\ D = \epsilon \delta E - D_0 \frac{\partial u}{\partial x} & \text{pour le déplacement électrique} \end{cases}$$
(B.13)

où $D_0 = e^*$ est le déplacement électrique moyen sous la tension appliquée et qui correspond au coefficient piézoélectrique effectif.

B.2.1 Déplacement

L'expression de la solution générale de l'équation de propagation d'une onde élastique peut être donnée.

$$u(x) = \underbrace{A \exp(-\jmath kx) + B \exp(\imath kx)}_{\text{Hors sources}} + \underbrace{\frac{\delta E}{\sigma \delta E} \exp(-\jmath k |x - x_s|)}_{2\imath \omega Z} \exp(-\jmath k |x - x_s|)$$
(B.14)

où A et B sont respectivement les amplitudes des ondes élastiques qui se propagent dans la direction des x croissants et la direction des x décroissants. σ est la charge située à la position x_s , δE est la variation du champ électrique, ω est la pulsation du champ appliqué et Z est l'impédance acoustique du milieu.

Cette expression peut être réécrite en prenant en compte les 5 sources de charges dans le matériau.

$$u(x) = A \exp(-\jmath kx) + B \exp(\jmath kx) + \frac{\sigma_0 \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath k |x - x_s|) + \frac{\sigma_1 \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath k |x|) + \frac{\sigma_2 \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath k |x - d|) + \frac{\sigma_3 \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath k |x|) + \frac{\sigma_4 \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath k |x - d|)$$
(B.15)

On remplace σ_0 par σ et σ_1 , σ_2 , σ_3 et σ_4 par leurs valeurs, on a

$$u(x) = A \exp(-jkx) + B \exp(jkx) -\frac{\sigma (d-x_s) \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x|) + \frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} \exp(-jk|x-x_s|)$$
(B.16)
$$\sigma x_s \delta E$$

$$-\frac{\delta x_s \delta E}{2j\omega Zd} \exp(-jk|x-d|)$$

$$-\frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Zd} \exp(-jk|x|) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Zd} \exp(-jk|x-d|).$$
(B.17)

On peut réécrire ce déplacement par rapport au plan de charges en x_s .

Pour $x < x_s$

$$u(x) = A \exp(-\jmath kx) + B \exp(\jmath kx) - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kx) + \frac{\sigma \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath k(x_s - x)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath k(d - x)) - \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kx) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath k(d - x))$$
(B.18)

Pour $x > x_s$

$$u(x) = A \exp(-\jmath kx) + B \exp(\jmath kx) - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kx) + \frac{\sigma \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath k(x - x_s)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath k(d - x)) - \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kx) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath k(d - x))$$
(B.19)

B.2.2 Contrainte

À partir des équations d'état on peut déduire la contrainte mécanique ${\cal T}$

$$T = c \frac{\partial u}{\partial x} + D_0 \delta E \tag{B.20}$$

On peut donc écrire la contrainte mécanique

Pour $x < x_s$

$$T(x) = c \left(-\jmath kA \exp(-\jmath kx) + \jmath kB \exp(\imath kx)\right)$$

+ $\jmath k \frac{\sigma (d-x_s) \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kx) - \jmath k \frac{\sigma \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath k(x_s-x)) - \jmath k \frac{\sigma x_s \delta E}{2\jmath Z \omega d} \exp(-\jmath k(d-x))$
+ $\jmath k \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kx) + \jmath k \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath k(d-x))) + D_1 \delta E \quad (B.21)$

Pour $x > x_s$

$$T(x) = c \left(-ikA \exp(-ikx) + ikB \exp(ikx)\right)$$
$$+ ik \frac{\sigma \left(d - x_s\right)\delta E}{2i\omega Z d} \exp(-ikx) - ik \frac{\sigma \delta E}{2i\omega Z} \exp(-ik(x - x_s)) - ik \frac{\sigma x_s \delta E}{2i\omega Z d} \exp(-ik(d - x))$$
$$+ ik \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2i\omega dZ} \exp(-ikx) + ik \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2i\omega dZ} \exp(-ik(d - x)) + D_2 \delta E \quad (B.22)$$

Sachant que $k = \omega/v \implies ck = c \, \omega/v = Z \omega$, et en sachant que

$$\begin{cases} D_1 = -\frac{\epsilon V_{app} + \sigma(d - x_s)}{d} \\ D_2 = -\frac{\epsilon V_{app} - \sigma x_s}{d} \end{cases}$$
(B.23)

on peut réécrire la contrainte

Pour $x < x_s$

$$T(x) = -i\omega ZA \exp(-ikx) + i\omega ZB \exp(ikx) + \frac{\sigma (d-x_s) \delta E}{2d} \exp(-ikx) - \frac{\sigma \delta E}{2} \exp(-ik(x_s-x)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2d} \exp(-ik(d-x)) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2d} \exp(-ikx) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2d} \exp(-i(d-x))) - \frac{\epsilon V_{app} + \sigma (d-x_s)}{d} \delta E \quad (B.24)$$

Pour $x > x_s$

$$T(x) = -j\omega ZA \exp(-jkx) + j\omega ZB \exp(jkx) + \frac{\sigma (d-x_s) \delta E}{2d} \exp(-jkx) - \frac{\sigma \delta E}{2} \exp(-jk(x-x_s)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2d} \exp(-jk(d-x)) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2} \exp(-jkx) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2} \exp(-jk(d-x)) - \frac{\epsilon V_{app} - \sigma x_s}{d} \delta E \quad (B.25)$$

B.2.3 Courant

On cherche le courant généré par le couplage électro-élastique sous une tension appliquée. L'équation de Maxwell-Ampère en absence d'un champ magnétique est donnée par

$$j = -\frac{\partial D}{\partial t} \tag{B.26}$$

En utilisant la seconde équation d'état, on remplace D

$$j = -\epsilon^* \frac{\partial \delta E}{\partial t} + D_0 \frac{\partial^2 u}{\partial t \partial x} \tag{B.27}$$

En intégrant sur l'épaisseur de l'échantillon :

$$jd = -\epsilon^* \frac{\partial}{\partial t} \int_0^d \delta E \, dx + \frac{\partial}{\partial t} \int_0^d D_0 \frac{\partial u}{\partial x} \, dx \tag{B.28}$$

Ainsi on peut en déduire le courant.

$$jd = \epsilon \frac{\partial \delta V}{\partial t} - \frac{\epsilon V_{app} + \sigma(d - x_s)}{d} \frac{\partial (u(x_s) - u(0))}{\partial t} + \frac{\sigma x_s - \epsilon V_{app}}{d} \frac{\partial (u(d) - u(x_s))}{\partial t}$$
(B.29)

$$j = \frac{\epsilon}{d} \frac{\partial \delta V}{\partial t} - \frac{\sigma}{d} \frac{\partial u(x_s)}{\partial t} + \frac{\epsilon V_{app} + \sigma(d - x_s)}{d^2} \frac{\partial u(0)}{\partial t} + \frac{\sigma x_s - \epsilon V_{app}}{d^2} \frac{\partial u(d)}{\partial t}$$
(B.30)

Dans le domaine fréquentiel, on a

$$j(\omega) = j\omega \frac{\epsilon}{d} \,\delta V + j\omega \{ -\frac{\sigma}{d} \,u(x_s) + \frac{\epsilon V_{app} + \sigma(d - x_s)}{d^2} \,u(0) + \frac{\sigma x_s - \epsilon V_{app}}{d^2} \,u(d) \}$$
(B.31)

La détection des résonances est directement liée aux types des interfaces. On peut considérer trois cas : interfaces rigides, interfaces libres, interfaces mixtes.

B.2.4 Interfaces rigides

La condition dans ce cas est u(d) = u(0) = 0 qui donne lieu à deux équations avec deux inconnues A et B :

$$u(0) = A + B$$

$$-\frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2j\omega Z d} + \frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} \exp(-jk(x_s)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk(d))$$

$$-\frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkd) = 0 \quad (B.32)$$

$$u(d) = A \exp(-\jmath kd) + B \exp(\jmath kd) - \frac{\sigma (d - x_s) \,\delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kd) + \frac{\sigma \,\delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath k(d - x_s)) - \frac{\sigma \, x_s \,\delta E}{2\jmath \omega Z d} - \frac{\epsilon V_{app} \,\delta E}{2\jmath \omega dZ} \exp(-\jmath kd) + \frac{\epsilon V_{app} \,\delta E}{2\jmath \omega dZ} = 0 \quad (B.33)$$

La résolution de ce système d'équations permet de trouver les expressions de A et B.

$$\begin{cases}
A = \frac{\epsilon V_{app} \sin(kd) + \sigma \left(d - x_s\right) \sin(kd) - \sigma d \sin(k(d - x_s))}{2j\omega Z d \sin(kd)} \,\delta E \\
B = -\frac{\epsilon V_{app} \sin(kd) + \sigma d \sin(kx_s) - \sigma x_s \sin(kd)}{2j\omega Z d \sin(kd)} \exp(-jkd) \,\delta E
\end{cases}$$
(B.34)

On peut en déduire le déplacement u(x) en x = 0, x = d et $x = x_s$.

$$u(x) = \frac{\epsilon V_{app} \sin(kd) + \sigma (d - x_s) \sin(kd) - \sigma d \sin(k(d - x_s))}{2j\omega Z d \sin(kd)} \delta E \exp(-jkx) - \frac{\epsilon V_{app} \sin(kd) + \sigma d \sin(kx_s) - \sigma x_s \sin(kd)}{2j\omega Z d \sin(kd)} \exp(jk (x - d)) \delta E - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x|) + \frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} \exp(-jk|x - x_s|) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x - d|) - \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x|) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x - d|)$$
(B.35)

Aux positions x = 0, $x = x_s$ et x = d on obtient donc

$$\begin{cases} u(0) = 0\\ u(x_s) = \frac{\sigma \delta E}{2\omega Z} \frac{\cos(k \left(d - 2x_s\right)) - \cos(kd)}{\sin(kd)}\\ u(d) = 0 \end{cases}$$
(B.36)

Le courant j vaut

$$j(\omega) = \frac{\jmath\omega\epsilon}{d}\delta V - \jmath\frac{\sigma^2\delta E}{2Z}\frac{\cos(k(d-2x_s)) - \cos(kd)}{\sin(kd)}$$
(B.37)

Sachant que $\delta E = -\delta V/d$, on trouve l'admittance totale

$$Y(\omega) = \frac{j(\omega)}{\delta V} = \frac{j\omega\epsilon}{d} + j\frac{\sigma^2}{2Zd}\frac{\cos(k(d-2x_s)) - \cos(kd)}{\sin(kd)}$$
(B.38)

Mis à part l'effet capacitif, l'amplitude de j aux harmoniques $kd = n\pi$ est

$$j_{\acute{e}lastique} = -j \frac{\sigma^2 \delta E}{2Z} \left(-1\right)^n \left\{ \cos(2n\pi x_s/d) - 1 \right\}$$
(B.39)

De la même façon, la densité de courant $j(\omega)$ peut être trouvée en calculant le déplacement mécanique u(x) pour chaque type d'interface et en le substituant dans la relation (B.31).

B.2.5 Interfaces libres

La condition dans ce cas est T(d) = T(0) = 0 qui donne aussi lieu à deux équations avec deux inconnues A et B

$$T(0) = -j\omega ZA + j\omega ZB + \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2d} - \frac{\sigma \delta E}{2} \exp(-jkx_s) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2d} \exp(-jkd) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2d} + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2d} \exp(-jkd) - \frac{\epsilon V_{app} + \sigma (d - x_s)}{d} \delta E = 0$$
(B.40)

$$T(d) = -j\omega ZA \exp(-jkd) + j\omega ZB \exp(jkd) + \frac{\sigma (d-x_s) \delta E}{2d} \exp(-jkd) - \frac{\sigma \delta E}{2} \exp(-jk(d-x_s)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2d} + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2} \exp(-jkd) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2} - \frac{\epsilon V_{app} - \sigma x_s}{d} \delta E = 0 \quad (B.41)$$

La résolution de ce système d'équations donne

$$\begin{cases} A = \delta E \frac{\epsilon V_{app} \left(\cos(kd) - 1\right) + \sigma d \left(\cos(kd) - \cos(k(d - x_s))\right) + \sigma x_s \left(1 - \cos(kd)\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} \\ B = \delta E \frac{\epsilon V_{app} (1 - \cos(kd)) + \sigma d \left(1 - \cos(kx_s)\right) + \sigma x_s \left(\cos(kd) - 1\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} \exp(-\jmath kd) \end{cases}$$
(B.42)

$$u(x) = \delta E \frac{\epsilon V_{app} \left(\cos(kd) - 1\right) + \sigma d \left(\cos(kd) - \cos(k(d - x_s))\right) + \sigma x_s \left(1 - \cos(kd)\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} \exp(-jkx)$$

$$\delta E \frac{\epsilon V_{app} (1 - \cos(kd)) + \sigma d \left(1 - \cos(kx_s)\right) + \sigma x_s \left(\cos(kd) - 1\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} \exp(jk(x - d))$$

$$- \frac{\sigma \left(d - x_s\right) \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x|) + \frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} \exp(-jk|x - x_s|) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x - d|)$$

$$- \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x|) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x - d|) \quad (B.43)$$

Ainsi, on peut trouver le déplacement aux positions $x = 0, x = x_s$ et x = d

$$u(0) = \delta E \frac{\epsilon V_{app} \left(\cos(kd) - 1\right) + \sigma d \left(\cos(kd) - \cos(k(d - x_s))\right) + \sigma x_s \left(1 - \cos(kd)\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} + \delta E \frac{\epsilon V_{app} (1 - \cos(kd)) + \sigma d \left(1 - \cos(kx_s)\right) + \sigma x_s \left(\cos(kd) - 1\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} \exp(-jkd) - \frac{\sigma \left(d - x_s\right) \delta E}{2j\omega Z d} + \frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} \exp(-jkx_s) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkd) - \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkd)$$
(B.44)

$$u(x_s) = \delta E \frac{\epsilon V_{app} \left(\cos(kd) - 1\right) + \sigma d \left(\cos(kd) - \cos(k(d - x_s))\right) + \sigma x_s \left(1 - \cos(kd)\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} \exp(-jkx_s) \\ + \delta E \frac{\epsilon V_{app} (1 - \cos(kd)) + \sigma d \left(1 - \cos(kx_s)\right) + \sigma x_s \left(\cos(kd) - 1\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} \exp(-jk(d - x_s)) \\ - \frac{\sigma \left(d - x_s\right) \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkx_s) + \frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} - \frac{\sigma x_s \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk(d - x_s)) \\ - \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkx_s) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk(d - x_s))$$
(B.45)

$$u(d) = \delta E \frac{\epsilon V_{app} \left(\cos(kd) - 1\right) + \sigma d \left(\cos(kd) - \cos(k(d - x_s))\right) + \sigma x_s \left(1 - \cos(kd)\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} \exp(-jkd) + \delta E \frac{\epsilon V_{app} (1 - \cos(kd)) + \sigma d \left(1 - \cos(kx_s)\right) + \sigma x_s \left(\cos(kd) - 1\right)}{2d\omega Z \sin(kd)} - \frac{\sigma \left(d - x_s\right) \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkd) + \frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} \exp(-jk(d - x_s)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2j\omega Z d} - \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-ikd) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d}$$
(B.46)

B.2.6 Interfaces libre/rigide

La condition dans ce cas est T(0) = 0 et u(d) = 0 qui donne aussi lieu à deux équations avec deux inconnues A et B

$$T(0) = -j\omega ZA + j\omega ZB + \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2d} - \frac{\sigma \delta E}{2} \exp(-jkx_s) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2d} \exp(-jkd) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2d} + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2d} \exp(-jkd) - \frac{\epsilon V_{app} + \sigma (d - x_s)}{d} \delta E = 0 \quad (B.47)$$

$$u(d) = A \exp(-\jmath kd) + B \exp(\jmath kd) - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2\jmath \omega Zd} \exp(-\jmath kd) + \frac{\sigma \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath k(d - x_s)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2\jmath \omega Zd} - \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega dZ} \exp(-\jmath kd) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega dZ} = 0 \quad (B.48)$$

La résolution de ce système d'équations donne

$$\begin{cases}
A = \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) \sin(kd) + \sigma d (\sin(k(d - x_s)) - \sin(kd))}{2\omega Z d \cos(kd)} \\
B = \jmath \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) (1 - \cos(kd)) + \sigma d (\cos(kx_s) - 1)}{2\omega Z d \cos(kd)} \exp(-\jmath kd)
\end{cases}$$
(B.49)

$$\begin{aligned} u(x) &= \delta E \, \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) \, \sin(kd) + \sigma d \, (\sin(k(d-x_s)) - \sin(kd))}{2\omega Zd \, \cos(kd)} \, \exp(-\jmath kx) \\ &+ \jmath \delta E \, \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) \, (1 - \cos(kd)) + \sigma d \, (\cos(kx_s) - 1)}{2\omega Zd \, \cos(kd)} \, \exp(\jmath k(x-d)) \\ &- \frac{\sigma \, (d-x_s) \, \delta E}{2\jmath \omega Zd} \, \exp(-\jmath k|x|) + \frac{\sigma \, \delta E}{2\jmath \omega Z} \, \exp(-\jmath k|x-x_s|) - \frac{\sigma \, x_s \, \delta E}{2\jmath \omega Zd} \, \exp(-\jmath k|x-d|) \\ &- \frac{\epsilon V_{app} \, \delta E}{2\jmath \omega Zd} \, \exp(-\jmath k|x|) + \frac{\epsilon V_{app} \, \delta E}{2\jmath \omega Zd} \, \exp(-\jmath k|x-d|) \end{aligned}$$

Ainsi on peut trouver le déplacement élastique aux différentes positions d'intérêt

$$u(0) = \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) \sin(kd) + \sigma d (\sin(k(d - x_s)) - \sin(kd))}{2\omega Z d \cos(kd)} + \jmath \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) (1 - \cos(kd)) + \sigma d (\cos(kx_s) - 1)}{2\omega Z d \cos(kd)} \exp(-\jmath kd) - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2\jmath \omega Z d} + \frac{\sigma \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath kx_s) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kd) - \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kd)$$
(B.50)

$$u(x_s) = \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) \sin(kd) + \sigma d (\sin(k(d - x_s)) - \sin(kd))}{2\omega Z d \cos(kd)} \exp(-\jmath kx_s) + \jmath \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) (1 - \cos(kd)) + \sigma d (\cos(kx_s) - 1)}{2\omega Z d \cos(kd)} \exp(-\jmath k(d - x_s)) - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kx_s) + \frac{\sigma \delta E}{2\jmath \omega Z} - \frac{\sigma x_s \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath k(d - x_s)) - \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kx_s) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath k(d - x_s))$$
(B.51)

$$u(d) = \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) \sin(kd) + \sigma d (\sin(k(d - x_s)) - \sin(kd))}{2\omega Z d \cos(kd)} \exp(-jkd) + j\delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) (1 - \cos(kd)) + \sigma d (\cos(kx_s) - 1)}{2\omega Z d \cos(kd)} - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkd) + \frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} \exp(-jk(d - x_s)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2j\omega Z d} - \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkd) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d}$$
(B.52)

B.2.7 Interface rigide/libre

La condition dans ce cas est u(0) = 0 et T(d) = 0 qui donne aussi lieu à deux équations avec deux inconnues A et B.

$$u(0) = A + B$$

$$-\frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2j\omega Z d} + \frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} \exp(-jk(x_s)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkd)$$

$$-\frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkd) = 0 \quad (B.53)$$

$$T(d) = -\jmath \omega ZA \exp(-\jmath kd) + \jmath \omega ZB \exp(\jmath kd) + \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2d} \exp(-\jmath kd) - \frac{\sigma \delta E}{2} \exp(-\jmath k(d - x_s)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2d} + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2} \exp(-\jmath kd) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2} - \frac{\epsilon V_{app} - \sigma x_s}{d} \delta E = 0 \quad (B.54)$$

La résolution de ce système d'équations donne

$$\begin{cases}
A = \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) (1 - \cos(kd)) - \sigma d (\cos(k(d - x_s)) - \cos(kd))}{2\omega Z d j \cos(kd)} \\
B = \delta E \frac{(\epsilon V_{app} - \sigma x_s) \sin(kd) + \sigma d \sin(kx_s)}{2\omega Z d \cos(kd)} \exp(-jkd)
\end{cases}$$
(B.55)

$$u(x) = \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) (1 - \cos(kd)) - \sigma d (\cos(k(d - x_s)) - \cos(kd))}{2\omega Z d i \cos(kd)} \exp(-jkx)$$

+ $\delta E \frac{(\epsilon V_{app} - \sigma x_s) \sin(kd) + \sigma d \sin(kx_s)}{2\omega Z d \cos(kd)} \exp(jk(x - d)) - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x|)$
+ $\frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} \exp(-jk|x - x_s|) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x - d|)$
- $\frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x|) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk|x - d|)$ (B.56)

$$u(0) = \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) (1 - \cos(kd)) - \sigma d (\cos(k(d - x_s)) - \cos(kd))}{2\omega Z d \jmath \cos(kd)} + \delta E \frac{(\epsilon V_{app} - \sigma x_s) \sin(kd) + \sigma d \sin(kx_s)}{2\omega Z d \cos(kd)} \exp(-\jmath k(d)) - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2\jmath \omega Z d} + \frac{\sigma \delta E}{2\jmath \omega Z} \exp(-\jmath kx_s) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kd) - \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2\jmath \omega Z d} \exp(-\jmath kd)$$
(B.57)

$$u(x_s) = \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) (1 - \cos(kd)) - \sigma d (\cos(k(d - x_s)) - \cos(kd))}{2\omega Z dj \cos(kd)} \exp(-jkx_s)$$
$$+ \delta E \frac{(\epsilon V_{app} - \sigma x_s) \sin(kd) + \sigma d \sin(kx_s)}{2\omega Z d \cos(kd)} \exp(jk(x_s - d)) - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkx_s)$$
$$+ \frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} - \frac{\sigma x_s \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk(d - x_s))$$
$$- \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkx_s) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jk(d - x_s)) \quad (B.58)$$

$$u(d) = \delta E \frac{(\sigma x_s - \epsilon V_{app}) (1 - \cos(kd)) - \sigma d (\cos(k(d - x_s)) - \cos(kd))}{2\omega Z dj \cos(kd)} \exp(-jkd)$$

$$\delta E \frac{(\epsilon V_{app} - \sigma x_s) \sin(kd) + \sigma d \sin(kx_s)}{2\omega Z d \cos(kd)} - \frac{\sigma (d - x_s) \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkd)$$

$$+ \frac{\sigma \delta E}{2j\omega Z} \exp(-jk(d - x_s)) - \frac{\sigma x_s \delta E}{2j\omega Z d}$$

$$- \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d} \exp(-jkd) + \frac{\epsilon V_{app} \delta E}{2j\omega Z d}$$
(B.59)

Annexe C

Considérons une ligne de transmission avec une impédance caractéristique $Z_c = 50 \,\Omega$ de longueur l et terminée par une impédance quelconque Z_L différente de 50 Ω telle qu'illustrée par la Figure C.1.



FIGURE C.1 – Principe des lignes de transmissions.

Un générateur est branché à l'entrée de la ligne. À haute fréquence, la longueur d'onde est petite devant la longueur de la ligne et le phénomène de propagation doit être pris en compte. On parle alors d'une onde de tension incidente et qui se propage dans la ligne. Arrivée sur la charge Z_L , une partie de cette onde est réfléchie à cause de la désadaptation d'impédance. Une onde stationnaire est alors formée dans la ligne. Le coefficient de réflexion Γ_e qui est le rapport entre l'onde incidente et l'onde réfléchie dans le plan de la charge est donnée par

$$\Gamma_e = \frac{Z_L - Z_0}{Z_L + Z_0} = \frac{z_L - 1}{z_L + 1} \tag{C.1}$$

où $z_L = Z_L/Z_0$. Le coefficient de réflexion dans le plan de mesure peut être calculé par (C.2) où γ est le coefficient de propagation de l'onde sur la ligne.

$$\Gamma_{in} = \Gamma_e \exp(-2\gamma l) \tag{C.2}$$

En remplaçant Γ_e par son expression dans l'équation (C.4), on arrive à l'expression de l'impédance ramenée dans le plan de mesure z_{in}

$$z_{in} = \frac{z_L + \tanh(\gamma l)}{1 + z_L \tanh(\gamma l)} \tag{C.3}$$

Si la ligne est sans pertes (C.2) devient (C.4) et C.3 devient C.5

$$\Gamma_{in} = \Gamma_e \exp(-2j\beta l) \tag{C.4}$$

$$z_{in} = \frac{z_L + j \tan(\beta l)}{1 + j z_L \tan(\beta l)} \tag{C.5}$$

Si l'impédance terminale est un court-circuit, c'est-à-dire $z_L = 0$, soit le cas du stub utilisé pour la compensation de la capacité dans ce mémoire, on peut vérifier alors que l'impédance du stub vue dans le plan de mesure z_{ecc} est donnée par

$$z_{ecc} = j \tan(\beta l) \tag{C.6}$$

Ainsi l'admittance introduite par un stub en cout-circuit de longueur l est donnée par

$$Y_s = \frac{Y_0}{j \tan(\beta l)} \tag{C.7}$$

Annexe D

Considérons le circuit équivalent de l'échantillon montré sur la Figure D.1.



FIGURE D.1 – Circuit équivalent de l'échantillon.

L'impédance de l'échantillon peut être exprimée par

$$Z_{ech} = \frac{Z_m}{1 + j\omega Z_m C_0} \tag{D.1}$$

Avec la relation (D.1) on peut vérifier que le coefficient de réflexion vaut

$$\Gamma = \frac{Z_{ech} - Z_0}{Z_{ech} + Z_0} = \frac{\frac{Z_m}{1 + j\omega Z_m C_0} - Z_0}{\frac{Z_m}{1 + j\omega Z_m C_0} + Z_0} = \frac{\frac{1}{j\omega C_0} \frac{1}{\frac{1}{j\omega C_0 Z_m} + 1} - Z_0}{\frac{1}{j\omega C_0 Z_m} + 1} + Z_0}$$
(D.2)

Si $|Z_m j\omega C_0| \gg 1$, on peut utiliser un développement limité pour réécrire Γ en s'arrêtant au 1^{er} ordre et en remplaçant $1/(j\omega C_0 Z_m)$ par x, on obtient

$$\Gamma \approx \frac{\frac{1}{j\omega C_0}(1-x) - Z_0}{\frac{1}{j\omega C_0}(1-x) + Z_0} = \frac{1-x - j\omega C_0 Z_0}{1-x + j\omega C_0 Z_0} = \frac{1 - j\omega C_0 Z_0}{1 + j\omega C_0 Z_0} \frac{1 - \frac{x}{1 - j\omega C_0 Z_0}}{1 - \frac{x}{1 + j\omega C_0 Z_0}}$$
(D.3)

En appliquant le développement limité une deuxième fois et en s'arrêtant au 1^{er} ordre, on a 1 - x + C - Z x - x

$$\Gamma \approx \frac{1 - j\omega C_0 Z_0}{1 + j\omega C_0 Z_0} \left(1 - \frac{x}{1 - j\omega C_0 Z_0}\right) \left(1 + \frac{x}{1 + j\omega C_0 Z_0}\right)$$
(D.4)

$$\Gamma \approx \frac{1 - \jmath \omega C_0 Z_0}{1 + \jmath \omega C_0 Z_0} \left(1 - \frac{x}{1 - \jmath \omega C_0 Z_0} + \frac{x}{1 + \jmath \omega C_0 Z_0} - \frac{x^2}{1 + \omega^2 C_0^2 Z_0^2} \right)$$
(D.5)

$$\Gamma \approx \frac{1 - \jmath \omega C_0 Z_0}{1 + \jmath \omega C_0 Z_0} \left(1 + \frac{x(-1 - \jmath \omega C_0 Z_0 + 1 - \jmath \omega C_0 Z_0)}{1 + \omega^2 C_0^2 Z_0^2} \right)$$
(D.6)
$$\Gamma \approx \frac{1 - \jmath \omega C_0 Z_0}{1 + \jmath \omega C_0 Z_0} \left(1 + \frac{-2\jmath \omega C_0 Z_0}{1 + \omega^2 C_0^2 Z_0^2} x \right)$$
(D.7)

$$\Gamma \approx \frac{1 - j\omega C_0 Z_0}{1 + j\omega C_0 Z_0} \left(1 + \frac{-2j\omega C_0 Z_0}{1 + \omega^2 C_0^2 Z_0^2} \frac{1}{j\omega C_0 Z_m} \right)$$
(D.8)

$$\Gamma \approx \frac{1 - \jmath \omega C_0 Z_0}{1 + \jmath \omega C_0 Z_0} \left(1 + \frac{-2}{1 + \omega^2 C_0^2 Z_0^2} \frac{Z_0}{Z_m} \right)$$
(D.9)

$$\Gamma \approx \frac{1 - \jmath \omega C_0 Z_0}{1 + \jmath \omega C_0 Z_0} + \frac{1 - \jmath \omega C_0 Z_0}{1 + \jmath \omega C_0 Z_0} \frac{-2}{(1 - \jmath \omega C_0 Z_0)(1 + \jmath \omega C_0 Z_0)} \frac{Z_0}{Z_m}$$
(D.10)

$$\Gamma \approx \frac{1 - j\omega C_0 Z_0}{1 + j\omega C_0 Z_0} + \frac{1}{1 + j\omega C_0 Z_0} \frac{-2}{(1 + j\omega C_0 Z_0)} \frac{Z_0}{Z_m}$$
(D.11)

On a finalement

$$\Gamma \approx \frac{1 - j\omega C_0 Z_0}{1 + j\omega C_0 Z_0} - \frac{2Z_0/Z_m}{(1 + j\omega C_0 Z_0)^2}$$
(D.12)

Deux termes sont présents dans cette expression de Γ . Le premier terme représente la réflexion due à la capacité C_0 . Le second terme contient l'impédance de la branche motionnelle Z_m . Ce dernier est inversement proportionnelle au carré de la fréquence et on peut alors estimer une fréquence de coupure $\omega_c = 1/C_0Z_0$.