

50376  
1997  
199

gen 2000 5800

T

N° d'ordre: 1968

# THESE

présentée à

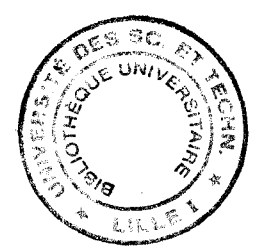
L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE  
Spécialité: ELECTRONIQUE

par

Abdel-Hakim BOUGHRIET



"CONTRIBUTION A LA CARACTERISATION  
ELECTROMAGNETIQUE DE MATERIAUX EN STRUCTURES  
DIPÔLES ET QUADRIPÔLES - APPLICATIONS AUX TISSUS  
BIOLOGIQUES ET AUX POLYMERES THERMOPLASTIQUES"

Soutenu le 30 Avril 1997 devant la Commission d'Examen

Membres du Jury: MM. G. SALMER	Président
J. P. PARNEIX	Rapporteur
P. SALÉ	Rapporteur
C. LEGRAND	Directeur de Thèse
J. PABIOT	Examineur
J. L. DAMEZ	Examineur
M. CHIVÉ	Examineur
A. CHAPOTON	Examineur

*« No Measurements ? No Science ! »*

*A la mémoire de mon père*

*A ma mère*

*A mes frères et soeurs, ma famille et tous mes amis*

*Une partie de ce travail a été effectuée en collaboration  
avec l'I.N.R.A de Clermont-Ferrand. Elle a été soutenue  
par un contrat I.N.R.A - Ministère de la Recherche et de  
l'Espace.*

## REMERCIEMENTS

*Ce travail a été effectué au Département Hyperfréquences et Semiconducteurs (DHS) de l'Institut d'Electronique et de Microélectronique du Nord (IEMN), à l'Université des Sciences et Technologie de Lille, dirigé par Monsieur le Professeur E. CONSTANT.*

*Je remercie vivement Monsieur le Professeur G. SALMER responsable du DHS de m'avoir accueilli dans son laboratoire et de présider la commission d'examen.*

*Le sujet de ce travail m'a été proposé par Monsieur C. LEGRAND, Professeur à l'Université du Littoral qui en assuré la direction et à qui j'exprime toute ma reconnaissance. Qu'il soit assuré de ma gratitude pour sa disponibilité et l'aide constante qu'il m'a apportée.*

*Je remercie tout particulièrement Monsieur le Professeur A. CHAPOTON pour l'intérêt constant qu'il a manifesté à ce travail. Sa compétence et sa rigueur scientifique ajoutées à ses qualités humaines m'ont beaucoup apporté et ont représenté un encouragement permanent.*

*Monsieur J. P. PARNEIX, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure de Physique et Chimie de Bordeaux (ENSPC), et Monsieur P. SALÉ, Directeur de Recherches à l'Institut de Recherche Agronomique de Theix (INRA), me font l'honneur de juger ce travail et d'en être les rapporteurs. Je les en remercie et leur exprime ma reconnaissance.*

*Mes remerciements vont également à Monsieur J. PABIOT, Professeur à l'Ecole des Mines de Douai, et M. CHIVÉ, Professeur à l'Université des Sciences et Technologies de Lille, qui me font le plaisir de participer à la commission d'examen et de juger ce travail.*

*Je suis très sensible à la présence dans le jury de Monsieur J. L. DAMEZ, Chargé de recherches à l'INRA dont la collaboration a beaucoup apporté à ce travail. Je tiens à le remercier vivement.*

*Je tiens également à remercier Mesdames E. DELOS et S. LEPILLIET et Monsieur E. PLAYEZ dont j'ai apprécié la disponibilité durant les mesures expérimentales effectuées dans la centrale de Caractérisation.*

*Je remercie tout le personnel technique et administratif et en particulier Messieurs J.C ANDRIES, J.C JENNEQUIN, P. MICHON pour leurs concours efficaces en réalisant les cellules de mesures et l'usinage des échantillons, ainsi que Monsieur J.P DEHORTER pour la reproduction de ce manuscrit.*

*J'adresse mes plus vifs remerciements à Messieurs L. PREVORS et C. LINZ de l'Ecole des Mines de Douai pour l'aide qu'ils m'ont apportée lors de la réalisation de mélanges de polymères et les discussions fructueuses que nous avons eues.*

*Je remercie également Messieurs J. C. CARRU et P. TABOURIER, Professeurs à l'Université du Littoral et responsables du Laboratoire d'Etudes de Matériaux et Composants Electroniques à Calais (LEMCEL) de m'avoir accueilli dans leur laboratoire et permis d'effectuer des mesures avec leurs ponts d'impédances.*

*Je ne saurais oublier dans ces remerciements les membres de l'équipe "Nouveaux Matériaux": Messieurs L. FAUCON, J. HINOJOSA, E. GLANGETAS, K. LMIMOUNI et O. THARAUD, tous mes amis et collègues universitaires, en particulier ceux de l'IEMN, du département GEII de l'IUT du Littoral, et ainsi qu'aux membres du LEMCEL qui m'ont tous encouragé lors de la réalisation ce travail.*

# **TABLE DES MATIERES**

INTRODUCTION GENERALE .....	1
Bibliographie de l'introduction .....	3
<b>CHAPITRE I : CARACTERISATION DIELECTRIQUE DE MATERIAUX EN STRUCTURE DIPÔLE.</b>	
I-1 Introduction .....	4
I-2 Dispositifs de mesure et cellules associées .....	6
I-2-1 Dispositifs de mesure .....	6
a) Dispositif de mesure basses fréquences .....	6
- Analyseur d'impédances HP 4192A (5 Hz- 13 MHz) .....	6
- Analyseur d'impédances HP 4191A (1 MHz - 1 GHz) .....	9
b) Dispositif de mesure en hyperfréquences : l'analyseur de réseaux vectoriel HP 8510B (45 MHz - 40 GHz).....	9
I-2-2 Cellules de mesures associées .....	13
a) Cellule pastille.....	13
b) Cellule coaxiale.....	16
I-2-3 Calibrages des dispositifs de mesure - cellule.....	18
a) Calibrage de la cellule coaxiale.....	18
- Calibrage au niveau du plan d'entrée de la cellule coaxiale .....	18
- Calibrage au niveau du plan d'entrée de l'échantillon .....	20
b) Calibrage de la cellule pastille .....	24
I-3 Détermination de la permittivité.....	24
I-3-1 Cellule pastille.....	24
I-3-2 Cellule coaxiale.....	28
I-4 Validation expérimentale .....	30
Bibliographie du 1er Chapitre.....	34
<b>CHAPITRE II : CARACTERISATION ELECTROMAGNETIQUE (<math>\epsilon^*</math>, <math>\mu^*</math>) DE MATERIAUX EN STRUCTURE QUADRIPÔLE.</b>	
II-1 Introduction.....	37
II-2 Dispositif de mesure et cellules associées.....	39
II-2-1 Dispositif de mesure : l'analyseur de réseaux HP 8510B (45 MHz - 40 GHz).....	39
II-2-2 Cellules de mesures associées.....	39
a) Cellule coaxiale .....	39
b) Cellule guide d'ondes rectangulaire .....	41
II-2-3 Calibrage dispositif - cellule .....	43
II-3 Etude des différentes méthodes de dépouillement.....	47

II-3-1 Détermination des paramètres électromagnétiques : la méthode de Nicolson Ross Weir (NRW).....	47
a) Méthode de Nicolson Ross Weir (NRW).....	47
b) Méthodes permettant de lever l'ambiguïté sur la phase du coefficient de transmission.....	51
II-3-2 Détermination de la permittivité pour les matériaux diélectriques.....	54
a) Méthode de Stuckly et al.....	54
b) Méthode itérative de Baker-Jarvis et al.....	54
II-4 Améliorations apportées pour les matériaux diélectriques.....	56
II-4-1 Pics d'imprécisions de la méthode NRW pour les matériaux à faibles pertes.....	56
II-4-2 Origine des pics d'imprécision.....	58
II-4-3 Formulation différente de la méthode NRW.....	58
II-4-4 Nouvelle méthode non itérative.....	63
II-4-5 Equation générale pour les matériaux diélectriques.....	65
II-4-5 Etude comparative de la précision des différentes méthodes à partir de simulations.....	65
a) Etude de la précision de mesure (influence de n).....	65
b) Comparaison de la précision de mesure avec la méthode itérative.....	71
II-5 Validation expérimentale.....	71
II-5-1 Validation à l'aide de matériaux étalons.....	73
a) Caractérisation de matériaux diélectriques à faibles pertes.....	73
c) Caractérisation d'un matériau magnétique.....	73
II-5-2 Influence des interstices d'air et des modes supérieurs.....	77
Bibliographie du 2ème Chapitre.....	84

**CHAPITRE III : CARACTERISATION DIELECTRIQUE DE TISSUS BIOLOGIQUES DE CARCASSE DE BOVIN EN VUE DE LA REALISATION D'UN CAPTEUR HYPERFREQUENCE DE RECONNAISSANCE.**

III-1 Introduction.....	88
III-2 Objectifs de l'étude.....	89
III-3 Les techniques expérimentales.....	89
III-3-1 Cellules utilisées et bandes de fréquences couvertes.....	91
III-4 Tissus biologiques étudiés et mise en forme des échantillons.....	95
III-5 Rappel des spectres diélectriques de l'eau et des milieux hydratés. Spectres des tissus biologiques.....	97
III-5-1 Spectres de l'eau.....	97
III-5-2 Spectres de milieux hydratés.....	97
III-5-3 Spectres des tissus biologiques.....	99

III-6 Choix des conditions expérimentales : influence de quelques paramètres .....	99
III-6-1 Précision des résultats.....	101
III-6-2 Recoupement des mesures entre les différents dispositifs utilisés .....	105
III-6-3 Influence du vieillissement.....	105
III-6-4 Influence de la température .....	107
III-6-5 Influence de l'orientation de l'échantillon par rapport au champ électrique .....	107
III-6-6 Effet des cycles thermiques .....	111
III-7 Comparaison des différents tissus .....	115
III-7-1 Comparaison de muscles de tenues mécaniques différentes .....	115
III-7-2 Etude de tissus de différentes natures.....	117
III-8 Faisabilité d'un capteur de reconnaissance .....	121
Bibliographie du 3ème Chapitre .....	122

**CHAPITRE IV : CARACTERISATION DIELECTRIQUE DE POLYMERES  
THERMOPLASTIQUES DANS LA GAMME DE TEMPERATURE 20 - 200°C.**

IV-1 Introduction .....	125
IV-2 Objectifs de l'étude .....	126
IV-3 Les techniques expérimentales .....	127
IV-4 Rappels sur les propriétés diélectriques des polymères.....	129
IV-5 Polymères étudiés.....	133
IV-6 Résultats expérimentaux et discussion .....	135
IV-6-1 Etude à larges bandes de fréquence et de température du PVC .....	135
IV-6-2 Etude à larges bandes de fréquence et de température du PVCP .....	139
a) Propriétés diélectriques du plastifiant .....	139
b) Propriétés diélectriques du PVCP (30 %).....	143
c) Influence du taux de plastification sur les permittivités à température ambiante .....	143
IV-6-3 Propriétés diélectriques de polymères thermoplastiques dans la gamme des micro-ondes et en fonction de la température (20 °C - 200 °C) .....	147
IV-7 Application à la radiothermométrie micro-ondes.....	151
Bibliographie du 4ème Chapitre .....	156

CONCLUSION GENERALE

ANNEXES

# **Introduction Générale**



## **Introduction générale**

L'étude par spectroscopie diélectrique d'un matériau consiste à mesurer sa permittivité complexe  $\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$  en fonction de la fréquence et de la température. Cette méthode de caractérisation est complémentaire d'autres techniques spectroscopiques. Elle apporte des informations sur les mécanismes de conduction basses fréquences et de polarisation interfaciale et sur la dynamique moléculaire au sein du matériau par la mise en évidence des domaines de relaxation dipolaire [1]. Cette technique présente l'avantage de couvrir une large bande de fréquences.

Depuis une dizaine d'années, suite à l'apparition sur le marché de dispositifs de mesures automatiques, la méthode diélectrique connaît un regain d'intérêt. De nos jours, cette méthode de caractérisation joue un rôle important dans le cadre de nombreuses applications : mesure du taux d'humidité, absorbants micro-ondes, radiométrie et hyperthermie micro-ondes... [2].

Ces dernières années, la caractérisation de divers matériaux a nécessité le développement de nouvelles méthodes de mesure. Dans la gamme des micro-ondes, les méthodes envisagées utilisent généralement : les cavités résonantes, la propagation libre, la sonde coaxiale ouverte et les lignes de transmissions [3]-[6].

Notre travail s'inscrit dans ce cadre et porte sur la mise au point de nouvelles techniques de caractérisation diélectrique à large bande de fréquences et de températures applicables aux matériaux biologiques et aux polymères thermoplastiques.

Ce mémoire se décompose en quatre chapitres :

- le premier chapitre est relatif aux méthodes de mesure de permittivité en structure dipôle. Nous décrivons successivement les dispositifs de mesure (analyseurs d'impédances et de réseaux), les différentes cellules de mesure développées (cellules pastille et coaxiale circuit-ouvert) et les méthodes de calcul de permittivité. Ces techniques sont validées à partir de matériaux étalons.

- dans le deuxième chapitre, nous développons les méthodes de caractérisation électromagnétique de matériaux en structure quadripôle adaptées aux mesures dans la gamme des micro-ondes. Nous décrivons les différentes cellules réalisées qui sont de type coaxial (100 MHz - 18 GHz) et guide d'ondes rectangulaire (8.2 GHz - 40 GHz). Nous proposons une nouvelle procédure de calcul non itérative de la permittivité complexe, applicable aux matériaux purement diélectriques. Cette méthode permet d'éliminer les instabilités généralement observées pour les matériaux à faibles pertes. Nous validons ces techniques à partir de matériaux étalons et, pour la cellule coaxiale, nous étudions l'influence des interstices d'air et des modes supérieurs avec des matériaux de fortes permittivités.

- dans le troisième chapitre, nous présentons une première application des techniques à l'étude des propriétés diélectriques de tissus biologiques d'une carcasse de bovin. Cette étude a été effectuée dans le cadre d'une collaboration entre l'I.N.R.A de Clermont-Ferrand(\*) et les équipes "Circuits et Appicateurs" et "Nouveaux Matériaux" du D.H.S de l'I.E.M.N. Après un rappel des propriétés diélectriques des milieux hydratés, nous étudions l'influence de plusieurs paramètres : température, vieillissement, anisotropie, cycles thermiques ... et comparons les permittivités de tissus de différentes natures. Ces résultats montrent la possibilité de réalisation d'un capteur micro-ondes de reconnaissance afin d'automatiser la découpe de carcasse de bovin dans un abattoir.

- l'étude des propriétés diélectriques de polymères thermoplastiques en fonction de la température (20 - 200 °C) fait l'objet du dernier chapitre. Cette étude a été effectuée en collaboration avec le Département "Polymères et Composites" de l'école des Mines de Douai et l'équipe "Circuits et Appicateurs" du D.H.S. Différents polymères polaires ont été caractérisés, en particulier dans la gamme des micro-ondes à large bande de températures. Ces résultats ont contribué à montrer la faisabilité d'un système radiothermométrie micro-ondes pour la reconstruction de gradients thermiques dans un polymère en cours de transformation (extrusion).

---

(\*) Etude financée par un contrat I.N.R.A - Ministère de la Recherche et de l'Espace.

# **BIBLIOGRAPHIE**

## **Introduction**

- [1] A. R. VON HIPPEL :  
" Les diélectriques et leurs applications "  
DUNOD, 1961.
  
- [2] Proceeding " Journées de Caractérisation Microonde des Matériaux "  
Brest, Octobre 1994 ; Chambéry, Avril 1996.
  
- [3] M. N. AFSAR, J. R. BIRCH, R. N. CLARKE :  
" The Measurement of the properties of materials "  
Proc IEEE, vol. 74, January 1986, pp 183 - 199.
  
- [4] R. J. COOK :  
" Microwave cavity methods " in High Frequency Dielectric Measurement.  
J. Chamberlain and G. W. Chantry, eds Guildford, U.K., IPC Science and Technology,  
1973, pp 12 - 17.
  
- [5] M. A. STUCHLY, S. S. STUCHLY :  
"Coaxial line reflection method for measuring dielectric properties of biological  
substances at radio and microwave frequencies - A review,"  
IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 29, November 1980, pp 176 - 183.
  
- [6] D. K. GODGAONKAR, V. V. VARADAN, V. K. VARADAN :  
"Free-space measurement of complex permittivity and complex permeability of  
magnetic materials at microwave frequencies "  
IEEE MTT, vol. 39, n°2, April 1990, pp 387 - 394.

# *CHAPITRE I*

# **Chapitre I**

## **Caractérisation diélectrique de matériaux en structure dipôle**

### **I-1 Introduction**

Dans ce chapitre, nous présentons les techniques dipôles développées au laboratoire.

Nous décrivons successivement :

- les dispositifs de mesure d'impédances et de coefficient de réflexion (analyseurs d'impédances et de réseaux)
- les cellules de mesure réalisées (cellule pastille et coaxiale)
- les méthodes de calcul de la permittivité

Enfin, nous validons ces techniques à l'aide de matériaux étalons.

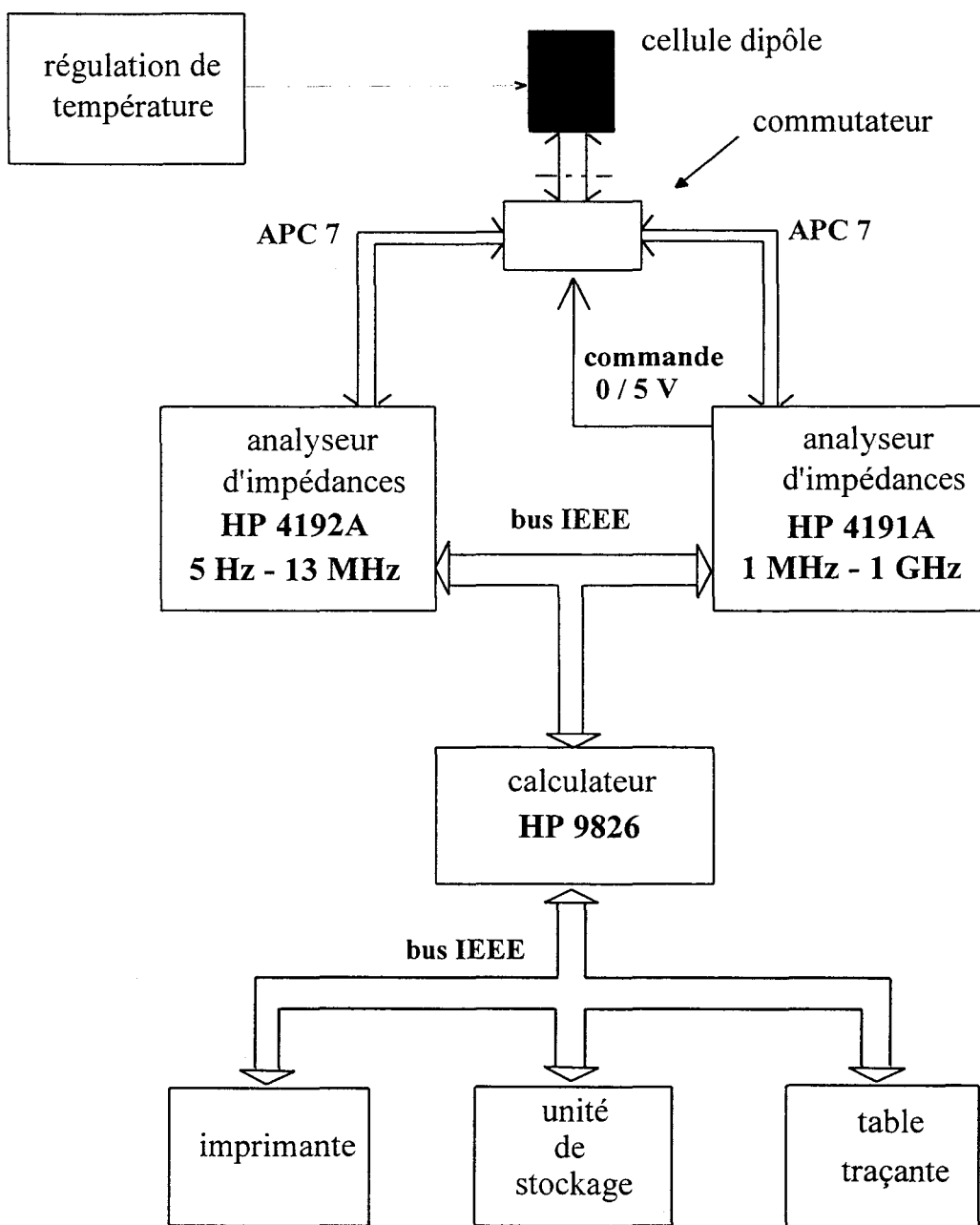


Figure I-1: Dispositif de mesure automatique 5 Hz - 1 GHz.

## **I-2 Dispositifs de mesure et cellules associées**

### **I-2-1 Dispositifs de mesure**

#### **a) Dispositif de mesure basses fréquences**

Le dispositif de mesure basses fréquences utilisé dans la centrale de caractérisation du laboratoire est représenté sur la figure I-1. Celui-ci est constitué des éléments suivants :

- deux analyseurs d'impédances commerciaux HP 4192A et HP 4191A couvrant respectivement les bandes de fréquences 5 Hz - 13 MHz et 1 MHz - 1 GHz (9 décades). Ces bandes de fréquences se recouvrent sur plus d'une décade.

- un ordinateur associé à différents périphériques permettant le traitement, la visualisation, l'impression et le stockage des mesures.

- une cellule de mesure en structure dipôle où est introduit l'échantillon sous test. Différentes configurations d'échantillons peuvent être utilisées.

- un dispositif annexe constitué d'une régulation de température fonctionnant dans la gamme 0°C - 250°C.

#### **• Analyseur d'impédances HP 4192A (5 Hz- 13 MHz)**

Le principe de mesure du pont HP 4192A est donné sur la figure I-2. L'impédance  $Z_x$  du dipôle inconnu s'obtient à l'aide de la relation suivante [1] :

$$Z_x = -R_r \frac{e_s}{e_r} \quad (I-1)$$

Le rapport des tensions complexes  $e_s$  et  $e_r$  est déterminé par détection synchrone (méthode peu sensible au bruit) [2]. La relation I-1 est valable lorsque l'équilibre du pont autobalancé



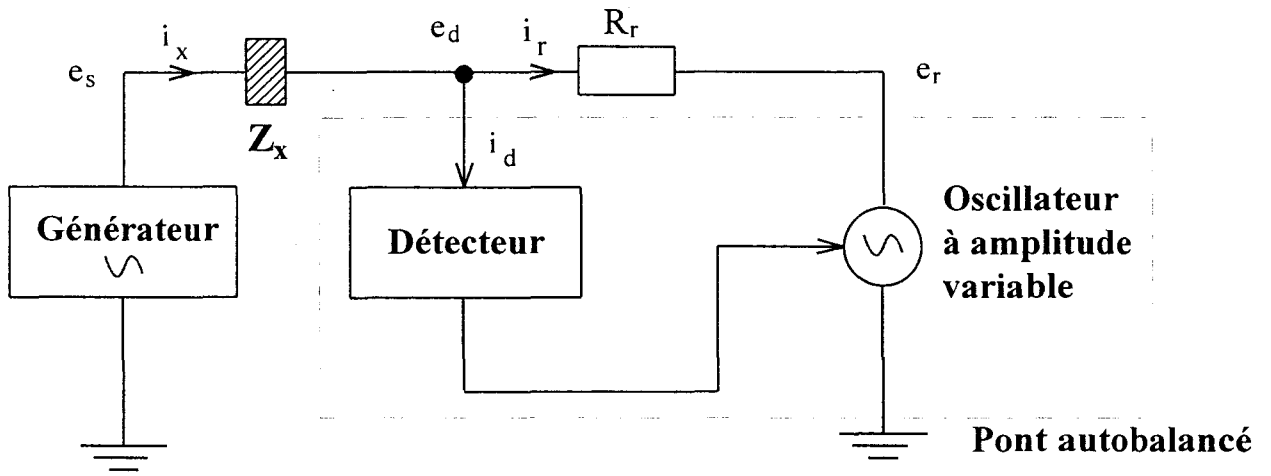


Figure I-2 : Principe de l'analyseur d'impédances HP 4192A.

$$Z_c = 50\Omega$$

$Z_x =$  impédance inconnue

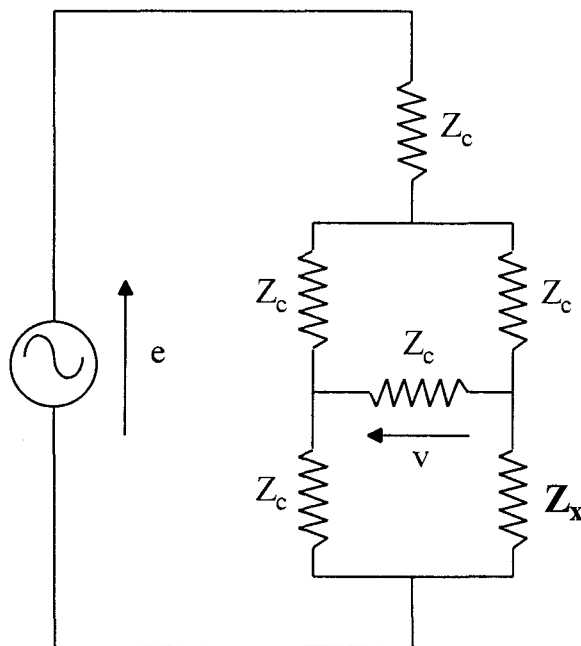


Figure I-3 : Principe de l'analyseur d'impédances HP 4191A.

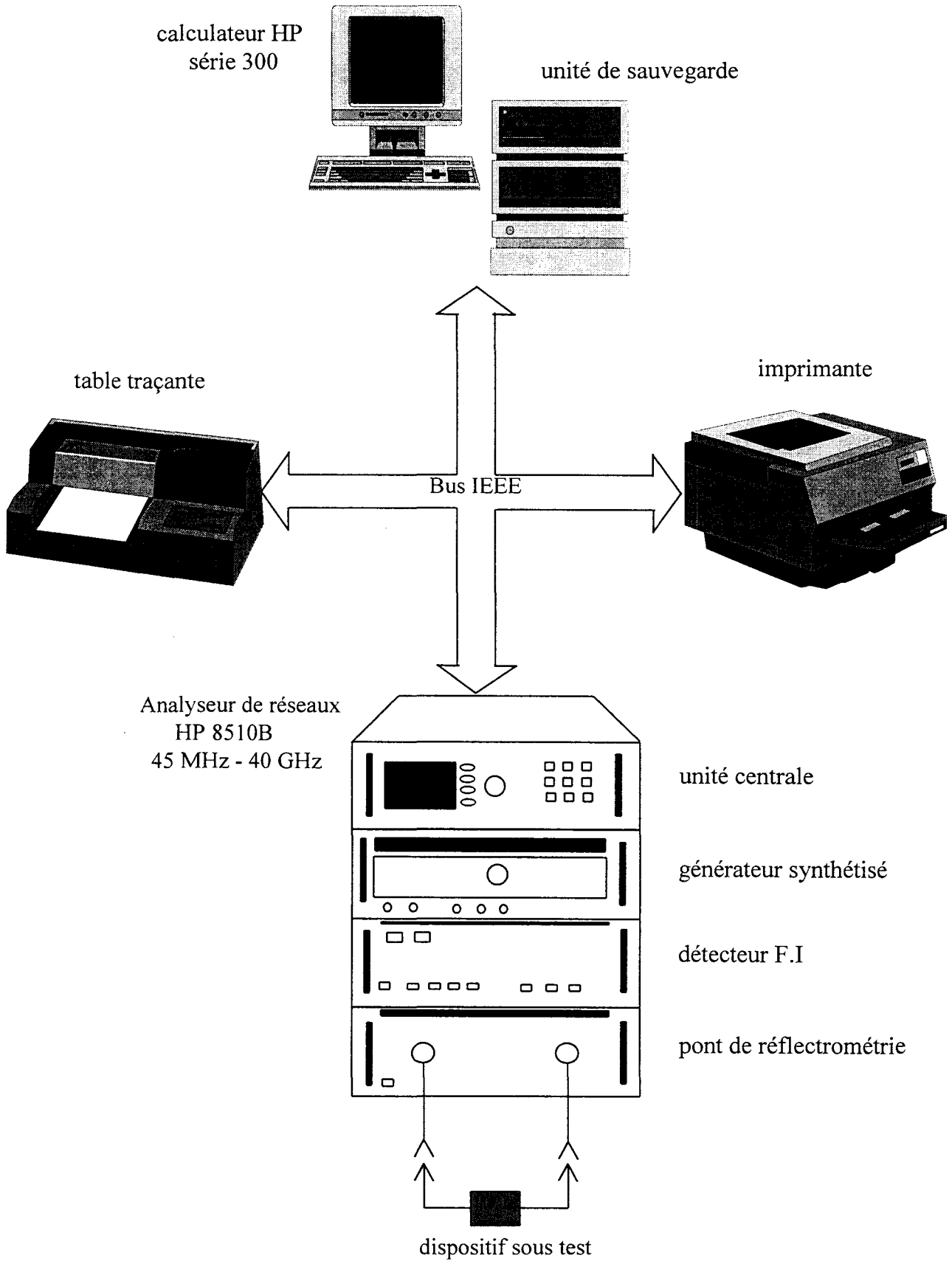


Figure I-4 : Système de mesure des paramètres  $S_{ij}$  d'un quadripôle hyperfréquence.

est réalisé ( $i_d = 0$  et  $e_d = 0$ ) [2]. Le pont autobalancé se comporte alors comme un amplificateur opérationnel large bande.

• **Analyseur d'impédances HP 4191A (1 MHz - 1 GHz)**

Le principe de mesure de l'analyseur HP 4191A couvrant la bande de fréquences 1 MHz à 1 GHz est différent de celui du HP 4192A. Le circuit de mesure est de type pont réflectométrique (figure I-3). L'inconnue  $Z_x$  est placée dans une des branches de ce circuit et le coefficient de réflexion  $S_{11}$  du dipôle par rapport à l'impédance caractéristique  $Z_c = 50\Omega$  est calculé à l'aide de la relation suivante [3] :

$$S_{11} = \frac{Z_c - Z_x}{Z_c + Z_x} = 8 \times \frac{v}{e} \quad (I-2)$$

Cette relation fait intervenir le rapport des tensions d'alimentation et de déséquilibre du pont. Ce rapport est obtenu par détection synchrone après changement de fréquence par échantillonnage. La grandeur mesurée (impédance, admittance, résistance, capacité, ...) se déduit du paramètre  $S_{11}$ .

**b) Dispositif de mesure en hyperfréquences : l'analyseur de réseaux vectoriel**

**HP 8510B (45 MHz - 40 GHz)**

Le dispositif utilisé pour la mesure en hyperfréquences est présenté figure I-4. L'élément principal est l'analyseur de réseaux HP 8510B couvrant la gamme de fréquences 45 MHz - 40 GHz. L'ensemble est piloté par un ordinateur de la série HP 300 couplé à ses périphériques. Les analyseurs de réseaux vectoriels, grâce à leurs deux ports d'accès, sont utilisés pour la caractérisation de quadripôles. Ils permettent d'obtenir la matrice de répartition [S] du quadripôle sous test (figure I-5).

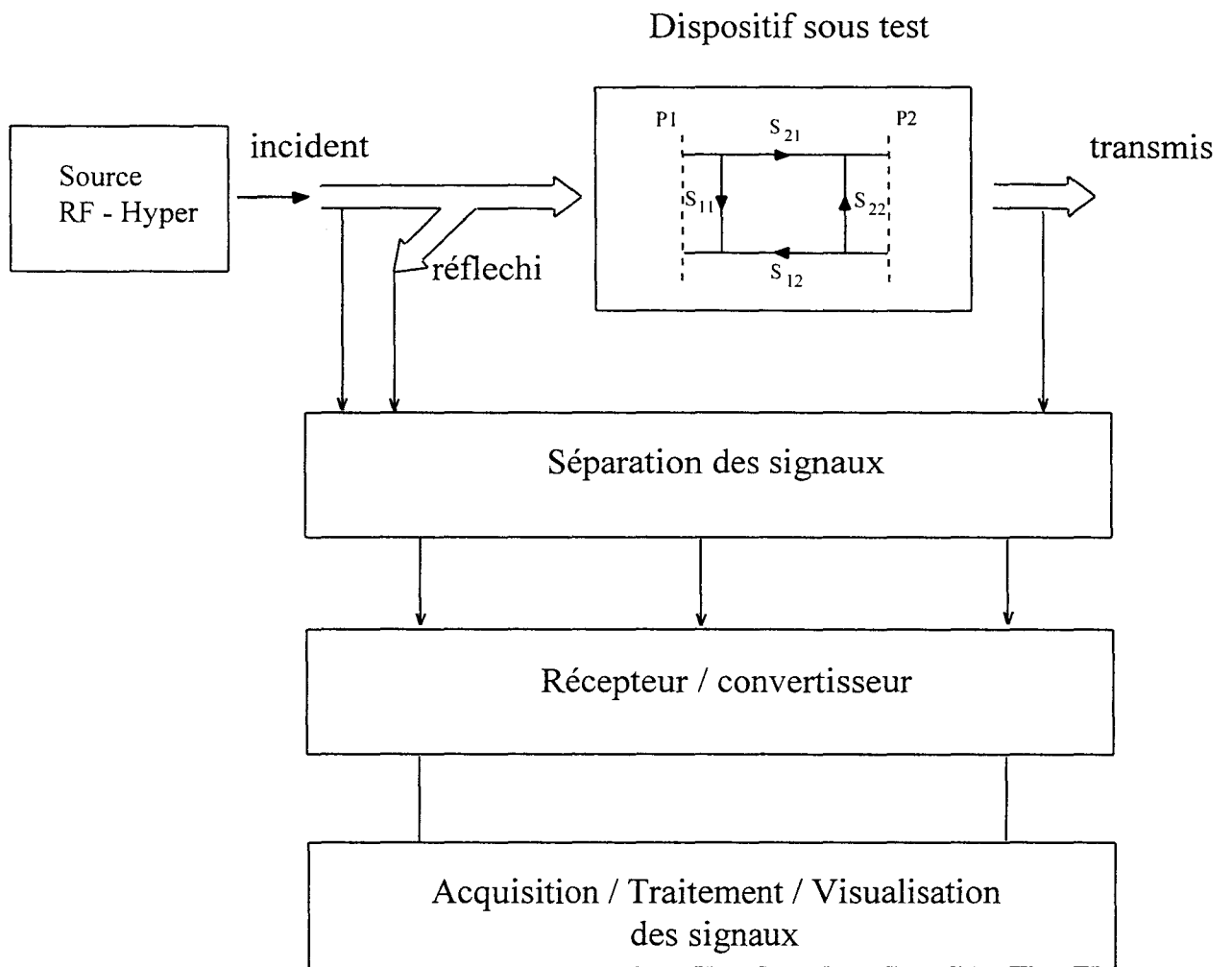


Figure I-6 : Synoptique d'un analyseur de réseaux.

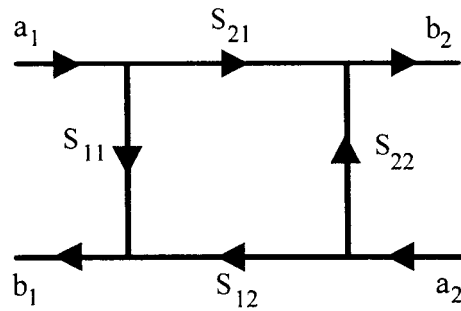


Figure I-5 : Graphe de fluence schématisant un quadripôle hyperfréquences.

Ce quadripôle est défini par sa matrice de répartition [S] dont les paramètres complexes de réflexion  $S_{11}$  et  $S_{22}$  et de transmission  $S_{12}$  et  $S_{21}$  sont donnés par l'équation matricielle :

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \end{bmatrix} \quad (\text{I-3})$$

où  $a_j$  et  $b_j$  représentent respectivement les ondes incidentes et réfléchies.

Conçus au départ pour la modélisation de composants ou de structure de guidage pour la mise au point de dispositifs micro-ondes, les analyseurs de réseaux ont vu leur utilisation s'étendre à la caractérisation de matériaux sous différentes formes. La figure I-6 représente le schéma synoptique d'un analyseur de réseaux [4]. Il comporte nécessairement les éléments suivants :

- une source hyperfréquence wobulée générant le signal incident
- un système de séparation de signaux en diverses voies de référence (signal incident) et de test (signal réfléchi et transmis).
- un récepteur - convertisseur comportant un changement de fréquences permettant la conversion des signaux hyperfréquences en signaux de fréquences plus basses (FI) plus faciles à mesurer.
- un système numérique de traitement des signaux basses fréquences et d'extraction des paramètres de la matrice de répartition.

Dans le cas de cellules dipôles, nous avons utilisé l'analyseur de réseaux pour mesurer le coefficient de réflexion  $S_{11}$  de la cellule remplie de l'échantillon à caractériser.

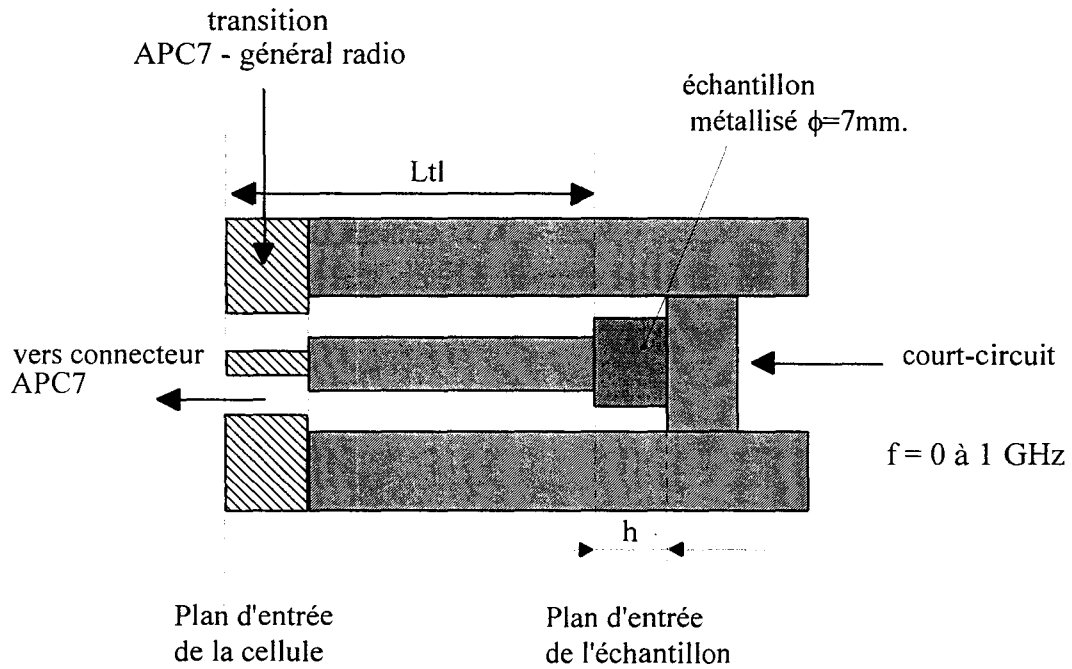


Figure 1-7 : Schéma de principe de la cellule pastille (Standard General Radio).

### I-2-2 Cellules de mesures associées

En général, les cellules dipôles sont constituées d'une partie active où est placé l'échantillon à caractériser et d'un tronçon de ligne servant de transition entre le plan d'entrée de la cellule et sa partie active [5]. Parmi toutes les géométries possibles, deux seulement ont été retenues en fonction des applications développées dans le cadre de ce travail [6] :

- l'une, coaxiale,
- l'autre, pastille en bout d'un coaxial.

Le choix du standard est effectué en prenant en compte le volume utile de l'échantillon, la capacité active de la cellule, la bande de fréquences d'utilisation ... Parmi ceux couramment utilisés (tableau I-1), nous avons retenu le standard General Radio pour la cellule pastille et les standards GR et APC7 pour la cellule coaxiale.

	$\phi_{\text{int}}$ (mm)	$\phi_{\text{ext}}$ (mm)	Fréq de travail (GHz)
OSM	1.55	3.58	0 - 34.5
APC 7	3.04	7.00	0 - 19
General. Radio (GR)	6.20	14.28	0 - 9.6

Tableau I-1 : Caractéristiques des standards commerciaux.

#### a) Cellule pastille

Cette cellule a été mise au point pour la caractérisation diélectrique de matériaux solides conditionnés sous forme de films ou de pastilles. Le conditionnement sous forme de pastilles est obtenu par usinage ou par compactage dans le cas de matériaux pulvérulents. Une vue schématique ainsi qu'un plan détaillé de cette cellule sont donnés sur les figures I-7 et I-8. L'échantillon est pris en "sandwich" entre le conducteur central et un court-circuit qui vient appuyer sur l'échantillon à l'aide d'un ressort. Ceci permet d'utiliser la même cellule avec des

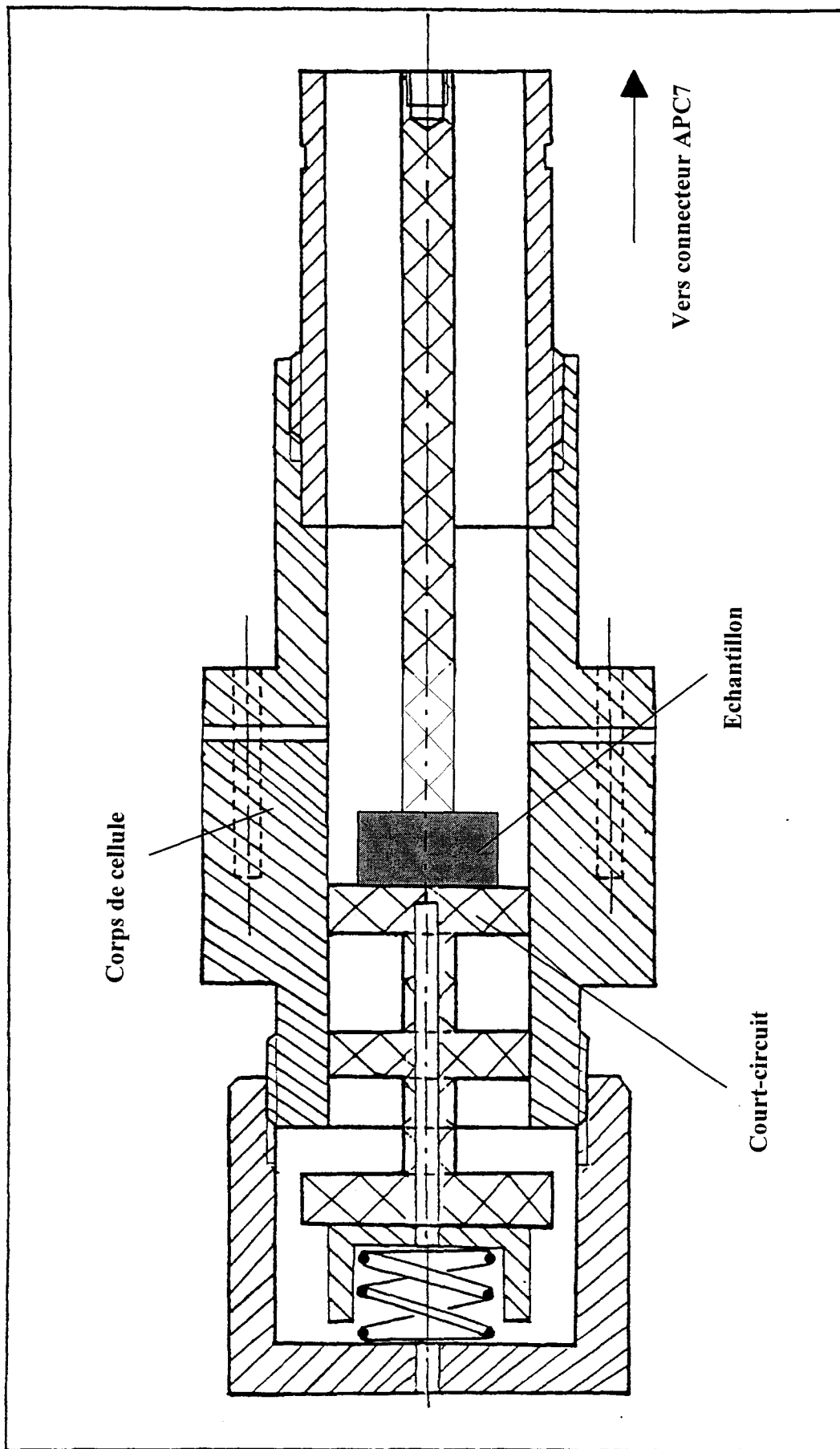


Figure I-8 : Vue détaillée de la cellule pastille



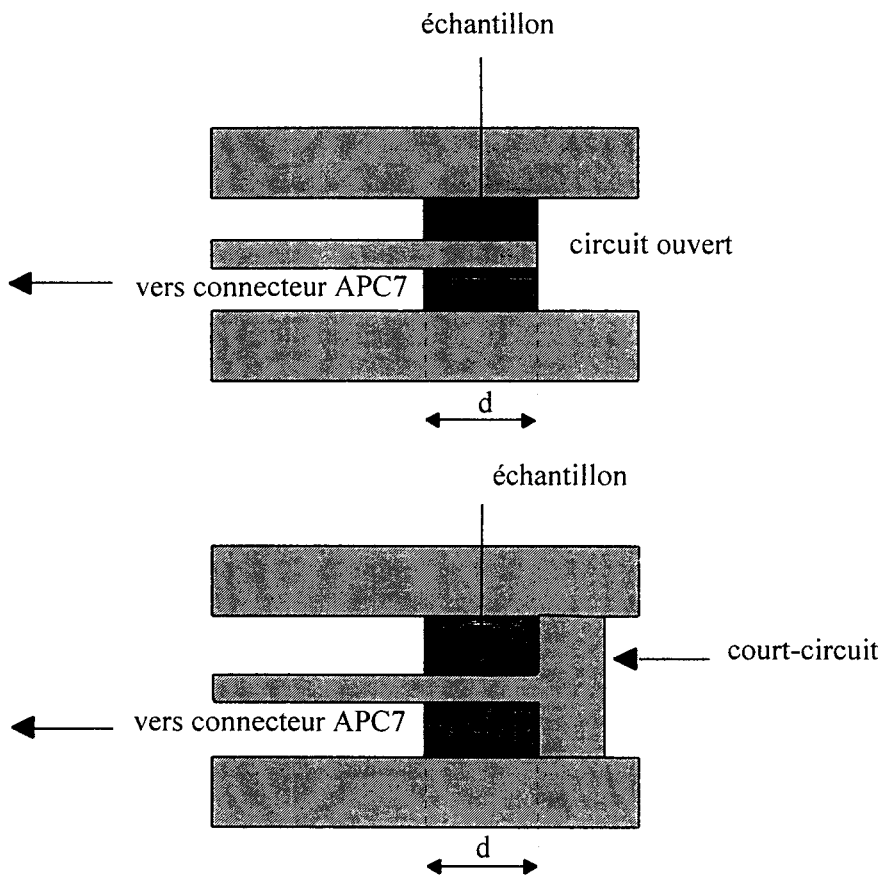


Figure I-9 : Configurations possibles de la cellule coaxiale.

échantillons de différentes épaisseurs. La cellule a été conçue pour permettre la connexion d'éléments étalons en bout de cellule et ainsi d'effectuer le calibrage des analyseurs d'impédances directement dans le plan d'entrée de l'échantillon (cf. § I-2-3-b). Nous avons utilisé des échantillons de diamètre 7 mm métallisés sur la totalité des deux faces. Cela évite d'une part les problèmes liés au centrage de l'échantillon et d'autre part minimise l'effet de la capacité parasite (cf. § I-3-1). Des études déjà effectuées au laboratoire ont montré qu'il est nécessaire de métalliser l'échantillon afin d'assurer un bon contact entre le matériau et la cellule de mesure [7].

### **b) Cellule coaxiale**

L'échantillon est conditionné sous forme d'un manchon pour remplir un tronçon de ligne coaxiale. La carte de champ électrique du mode TEM (radial pour la ligne coaxiale) permet d'envisager la mesure de la permittivité  $\varepsilon_{\perp}^*$  d'un matériau anisotrope. Elle permet l'étude d'échantillons de natures différentes :

- solides usinés au standard de la cellule,
- produits pulvérulents préalablement compactés dans un porte-échantillon,
- liquides retenus par des micas assurant l'étanchéité.

Pour effectuer des mesures précises, il faut réaliser un bon contact entre l'échantillon et le conducteur central (gaps d'air) [8]. Pour cette structure dipôle, deux configurations sont possibles (figure I-9) [9][10]:

- l'une avec une terminaison court-circuit,
- l'autre avec une terminaison circuit-ouvert.

Nous avons préféré utiliser la configuration circuit-ouvert qui ne présente pas de limitation basses fréquences (cette limitation est de l'ordre de 1 GHz pour la cellule court-circuit). Le

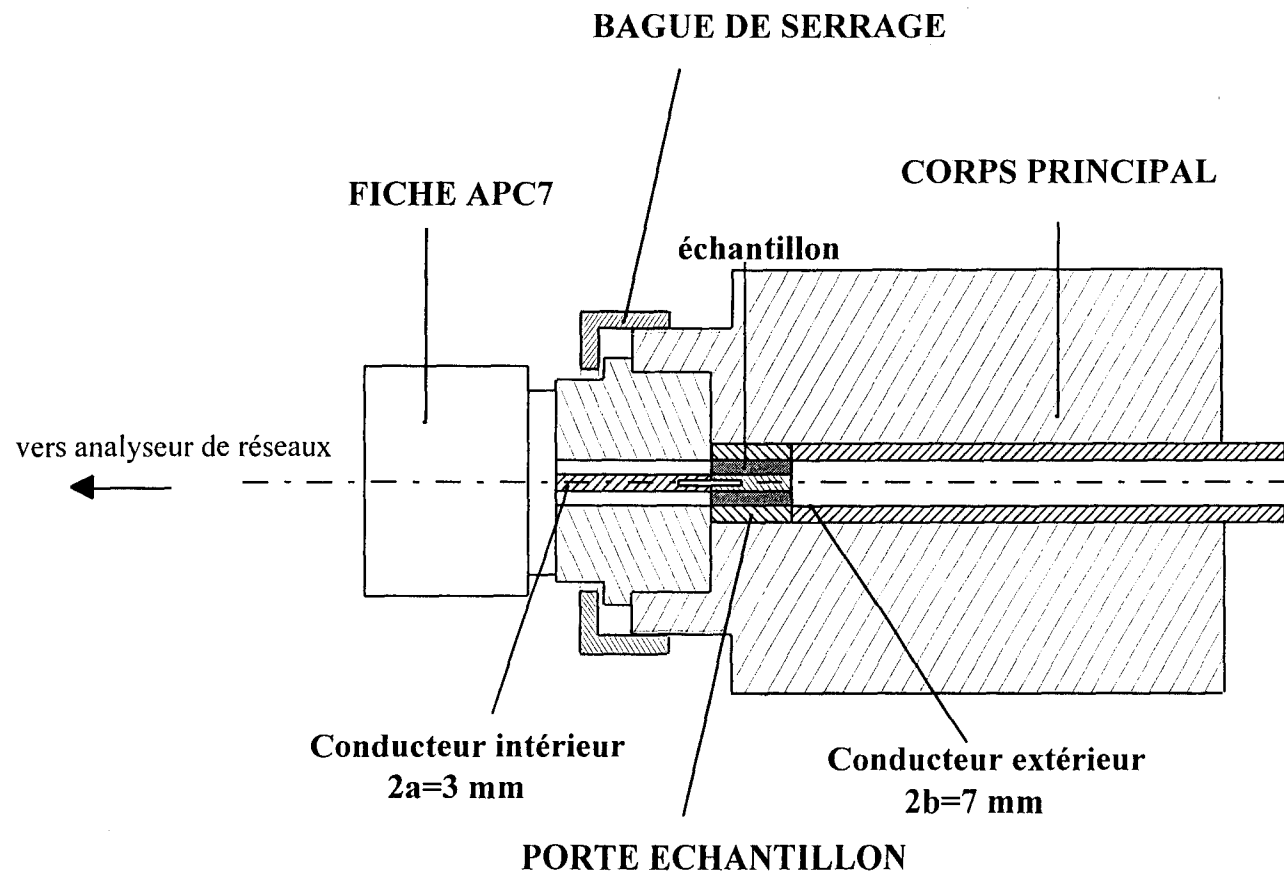


Figure I-10 : Plan détaillé de la cellule coaxiale dipôle (configuration Circuit-Ouvert).

calibrage est effectué dans le plan d'entrée de la cellule. La mesure est ensuite décalée dans le plan de l'échantillon (cf. § I-2-3).

La cellule coaxiale a été réalisée dans deux standards différents : le standard APC7 et le standard GR. Pour la cellule coaxiale APC7, le tronçon de ligne assurant la liaison connecteur APC7 - partie active est réalisé en acier inoxydable et joue ainsi le rôle de transition thermique. Une vue détaillée de la cellule est donnée sur la figure I-10. Les mesures en température sont effectuées à l'aide d'un système de régulation de température muni de résistances chauffantes et d'une sonde de platine implantées dans le corps de la cellule entourant l'échantillon. Ce dispositif permet d'atteindre des températures jusqu'à 250°C. Pour les mesures en dessous de l'ambiante (6 - 24 °C), nous utilisons un système à circulation d'eau réfrigérée.

### **I-2-3 Calibrages des dispositifs de mesure - cellule**

En structure dipôle, la permittivité complexe est déduite de l'impédance ou du coefficient de réflexion mesuré dans le plan de l'échantillon. Dans les paragraphes suivants, nous décrivons le calibrage des dispositifs de mesure : analyseurs d'impédances et analyseur de réseaux.

#### **a) Calibrage de la cellule coaxiale**

##### **• Calibrage au niveau du plan d'entrée de la cellule coaxiale**

Le calibrage des dispositifs a pour but de définir le plan de mesure. Il consiste à mesurer trois éléments étalons placés dans ce plan : un court-circuit, un circuit-ouvert et une charge adaptée (une charge fixe de 50  $\Omega$  pour les basses fréquences et une charge coulissante pour les fréquences supérieures à 2 GHz). Les grandeurs mesurées sont ensuite utilisées pour obtenir l'impédance ou le coefficient de réflexion du dipôle inconnu dans le plan de mesure :

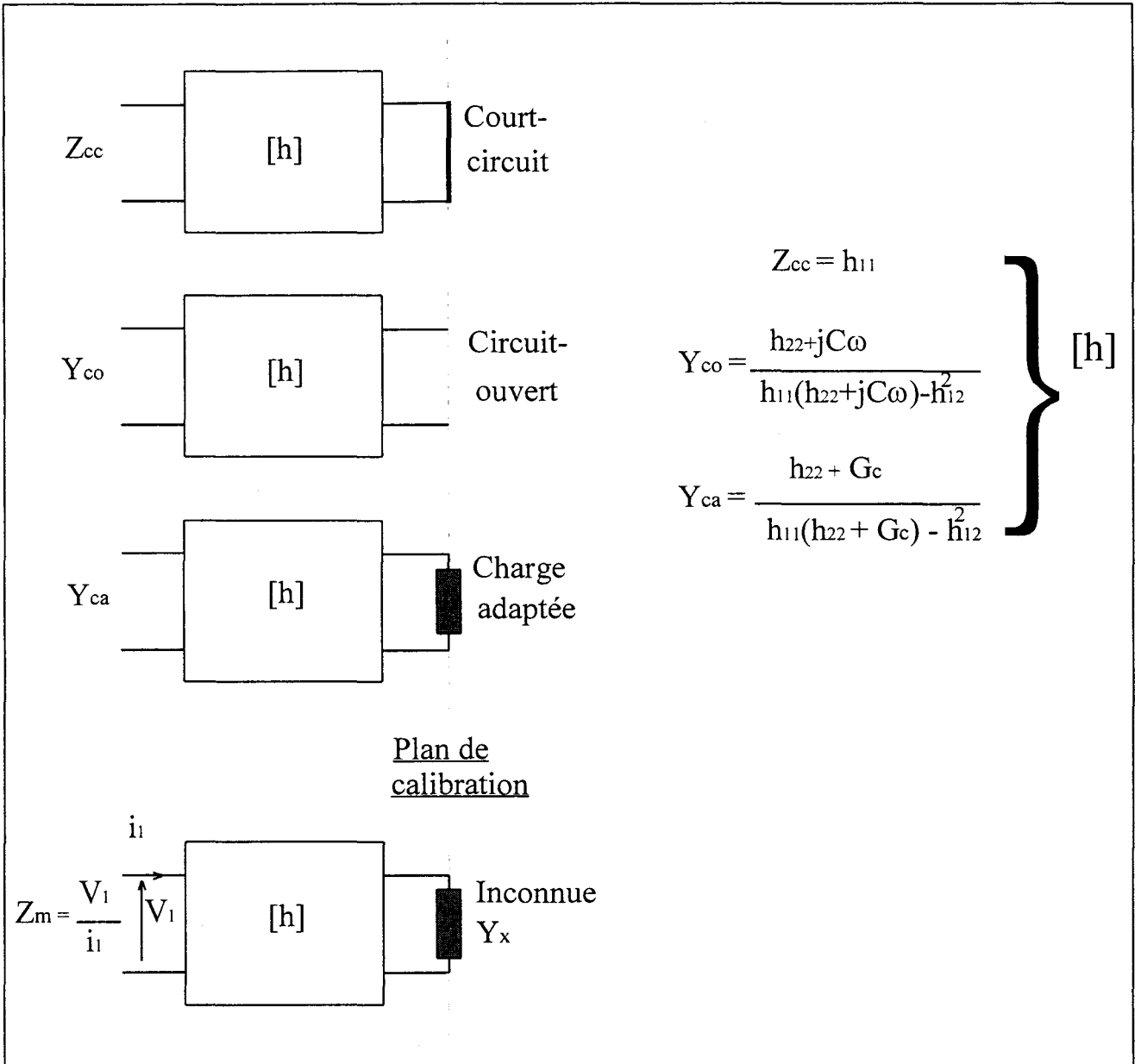


Figure I-11 : Calibrage de l'analyseur HP 4192A.

- pour l'analyseur HP 4192A, la mesure des éléments étalons permet le calcul de la matrice hybride à chaque fréquence de mesure telle que nous la définissons figure I-11. L'admittance inconnue (dans le plan de calibrage) est ensuite déduite de l'impédance mesurée et des coefficients de la matrice hybride à l'aide de la relation suivante :

$$Y_x = \frac{h_{12}^2}{h_{11} - Z_m} - h_{22} \quad (I-4)$$

- pour l'analyseur HP 4191A et l'analyseur de réseaux, la matrice d'erreur est calculée à chaque fréquence de mesure (figure I-12). Le passage du coefficient de réflexion mesuré au coefficient de réflexion inconnu s'effectue à l'aide de la relation suivante [11] :

$$S_{11x} = \frac{S_{11m} - D_i}{D_e(S_{11m} - D_i) + (1 + R_r)} \quad (I-5)$$

Le réseau d'erreurs de la figure I-13 est constitué de trois termes :

- la directivité effective ( $D_i$ ),
- la désadaptation de source ( $D_e$ ),
- la réponse fréquentielle en réflexion ( $R_r$ ).

Cette matrice erreur permet la prise en compte des erreurs systématiques dues à la présence de coupleurs, d'adaptateurs, d'atténuateurs (éléments interne de l'analyseur) et du câble réalisant la connexion avec la cellule de mesure.

### • Calibrage au niveau du plan d'entrée de l'échantillon

Pour la cellule coaxiale, le calibrage des dispositifs de mesure est effectué dans le plan d'entrée de la cellule. La mesure est ensuite ramenée dans le plan de l'échantillon par une étape de normalisation [12]. Elle consiste à mesurer la cellule court-circuitée dans le plan de l'échantillon (figure I-13). Le coefficient de réflexion inconnu est déduit du coefficient mesuré à l'aide de la relation suivante :

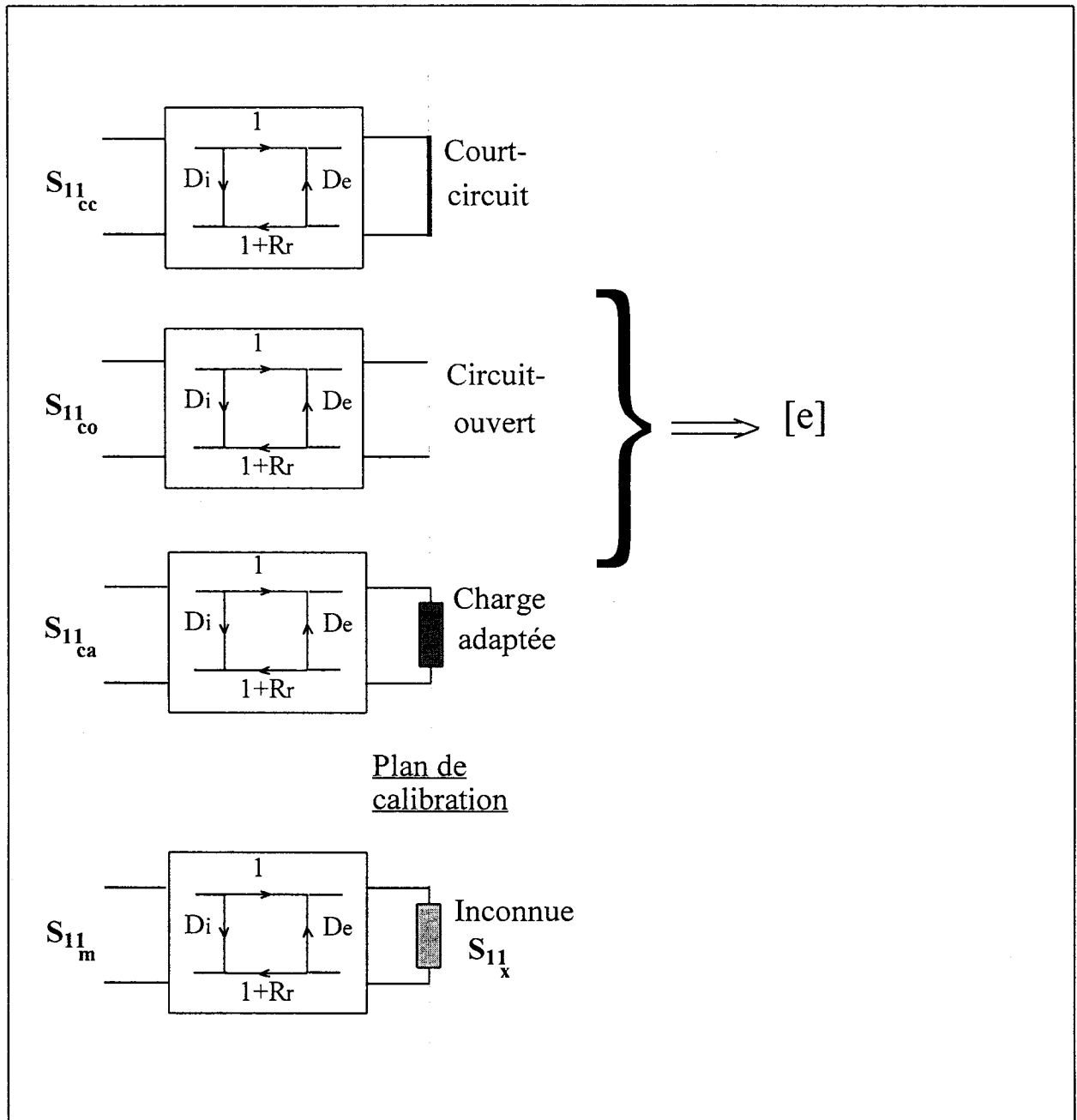


Figure I-12: Calibrage de l'analyseur HP 4191A.

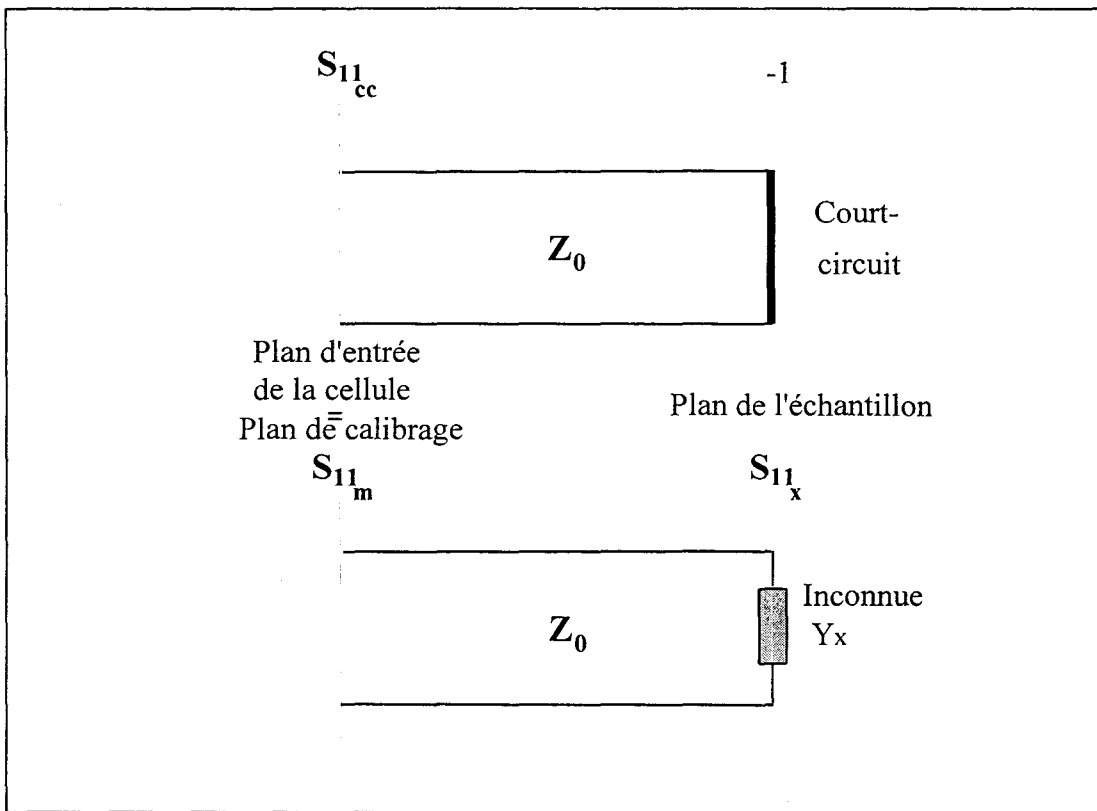


Figure I-13 : Procédure de normalisation pour la cellule coaxiale



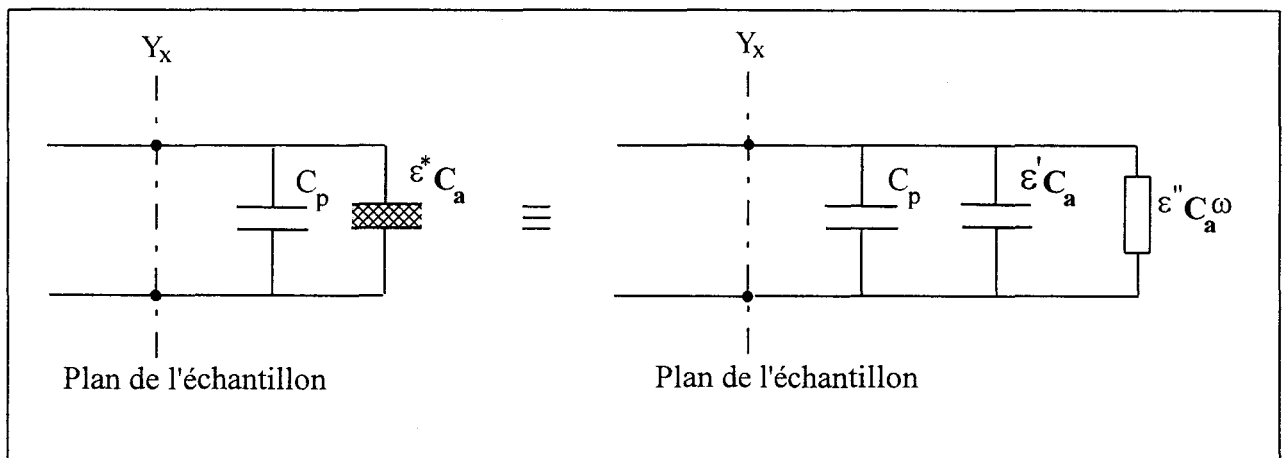
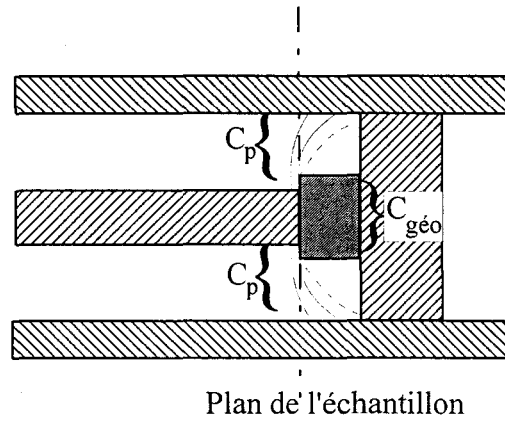


Figure I-14 : Schéma équivalent de la cellule pastille.

$$S_{11_x} = -\frac{S_{11_m}}{S_{11_{cc}}} \quad (I-6)$$

En basses fréquences, cette procédure revient à retrancher la capacité du tronçon de ligne de l'impédance mesurée. Pour les études en températures, des normalisations doivent être effectuées en fonction de la température (de l'ambiante à 250°C) afin de prendre en compte les effets de dilatation sur la transition.

### **b) Calibrage de la cellule pastille**

Des modifications ont été apportées sur la cellule pastille pour permettre le calibrage des dispositifs de mesure dans le plan de l'échantillon. Les éléments étalons (CC - CO - CA au standard GR) sont connectés directement dans ce plan (figure I-7). La procédure de calibrage est donc identique à celle décrite précédemment sans normalisation et celle-ci prend en compte les imperfections du tronçon de ligne assurant la liaison entre le plan d'entrée de la cellule et le plan de l'échantillon.

## **I-3 Détermination de la permittivité**

### **I-3-1 Cellule pastille**

Nous utilisons cette cellule pour des fréquences inférieures à 1 GHz. Dans cette gamme de fréquences, l'épaisseur reste faible devant la longueur d'onde et la cellule pastille peut être représentée par un schéma électrique à éléments localisés (figure I-14).

Ce schéma électrique équivalent comprend [13] :

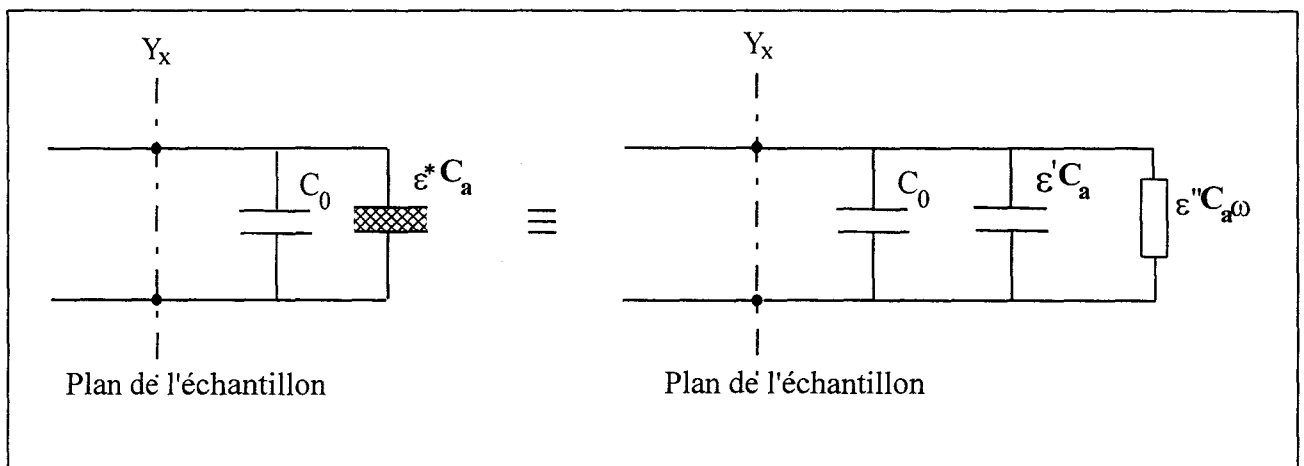
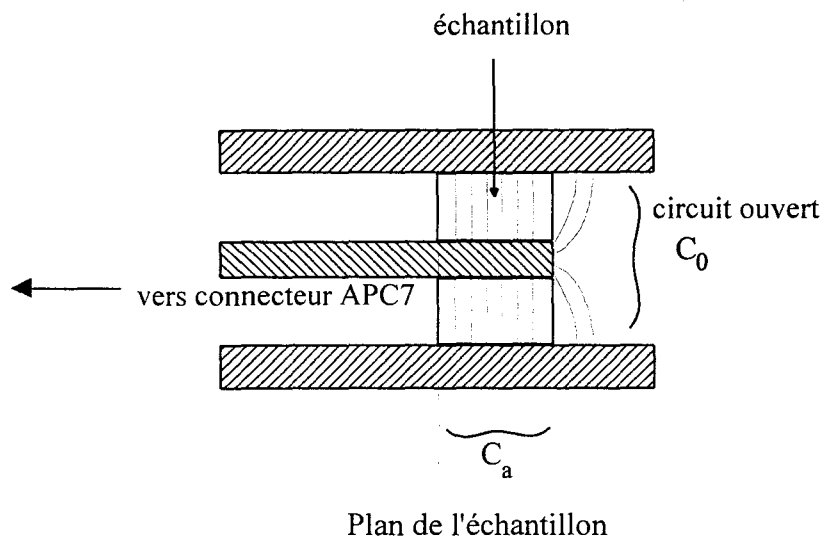


Figure I-15 : Schéma équivalent de la cellule coaxiale ouverte et son effet de bout dans l'air.

- une impédance  $\varepsilon^* C_a$  qui se décompose en une capacité  $\varepsilon' C_a$  et une conductance  $\varepsilon'' C_a \omega$  où  $C_a$  représente la capacité active due aux lignes de champ électrique situées dans le matériau.

- une capacité parasite  $C_p$  due aux lignes de champ électrique se refermant dans l'air.

Pour une épaisseur donnée, cette capacité est indépendante de la permittivité complexe du matériau [14].

La mesure de l'admittance présentée par la cellule ( $Y_x = G + jC\omega$ ) donne directement les composantes réelle et imaginaire de la permittivité complexe  $\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$  ou de la conductivité complexe  $\sigma^* = j\omega\varepsilon_0\varepsilon^* = \sigma' + j\sigma''$  du matériau sous test :

$$\left\{ \begin{array}{l} \varepsilon' = \frac{C - C_p}{C_a} \quad (I-7) \\ \varepsilon'' = \frac{G}{C_a \omega} \quad (I-8) \end{array} \right.$$

La capacité active  $C_a$  peut être considérée comme égale à la capacité géométrique  $C_{géo}$  formée entre le court-circuit et le conducteur central. Ces capacités s'obtiennent à l'aide de la relation suivante :

$$C_a \approx C_{géo} = \varepsilon_0 \frac{S}{h} \quad (I-9)$$

où  $S$  et  $h$  sont respectivement la surface métallisée et l'épaisseur de l'échantillon.

Nous avons utilisé des échantillons de diamètre 7 mm métallisés sur les deux faces. Cela favorise la valeur de la capacité active  $C_a$  par rapport à celle de la capacité parasite  $C_p$ . Nous avons vérifié expérimentalement par un étalonnage de la cellule que cette capacité pouvait dans la plus part des cas être négligée dans le calcul de la permittivité (cf. § I-4).

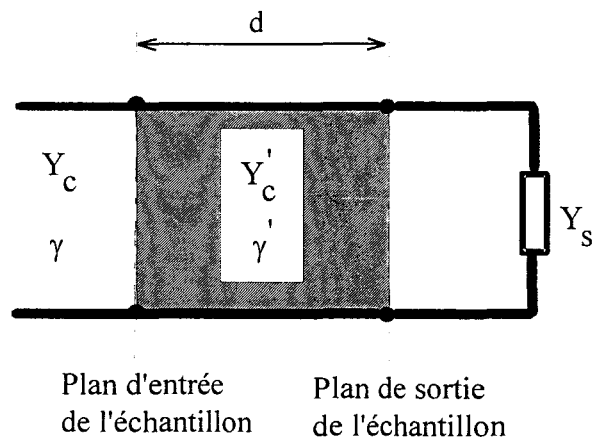


Figure 1-16 : Schéma équivalent de la cellule coaxiale.

**I-3-2 Cellule coaxiale**

En basses fréquences, le schéma équivalent de la cellule coaxiale et le principe de dépouillement sont les mêmes que pour la cellule pastille décrite précédemment (figure I-15) :

- $C_a$  représente la capacité d'un tronçon de ligne vide de longueur  $h$  ( $C_a = 0.66$  pF / cm pour une ligne de  $50 \Omega$ ).
- $C_0$  représente la capacité parasite introduite par l'effet de bout. Dans la gamme 5 Hz - 1 GHz, cette capacité est indépendante de la fréquence [15]. Sa valeur dépend du standard utilisé ( $C_0 = 0.082$  pF pour le standard APC7 et  $C_0 = 0.17$  pF pour le standard GR).

Dans la gamme des micro-ondes, la longueur d'onde du signal de mesure est du même ordre de grandeur que les dimensions de l'échantillon, les cellules de mesure doivent alors être considérées à constantes réparties (figure I-16). La permittivité complexe est déduite de l'admittance d'entrée de l'échantillon. En appliquant la théorie des lignes, l'admittance d'entrée s'exprime de la manière suivante [16] :

$$Y_e = Y_c' \left( \frac{Y_s + Y_c' \operatorname{th}(\gamma' d)}{Y_c' + Y_s \operatorname{th}(\gamma' d)} \right) \quad (\text{I-12})$$

où  $Y_c'$  et  $\gamma'$  représentent respectivement l'admittance caractéristique et la constante de propagation du tronçon de ligne chargé du matériau sous test.

Pour un matériau diélectrique, nous avons :

$$\begin{cases} Y_c' = Y_c \sqrt{\epsilon^*} & (\text{I-13}) \\ \gamma' = j\beta \sqrt{\epsilon^*} & (\text{I-14}) \end{cases}$$

où  $Y_c$  est l'admittance caractéristique du tronçon de ligne vide et  $\beta = \frac{2\pi}{\lambda_0}$  la constante de phase

dans le vide.

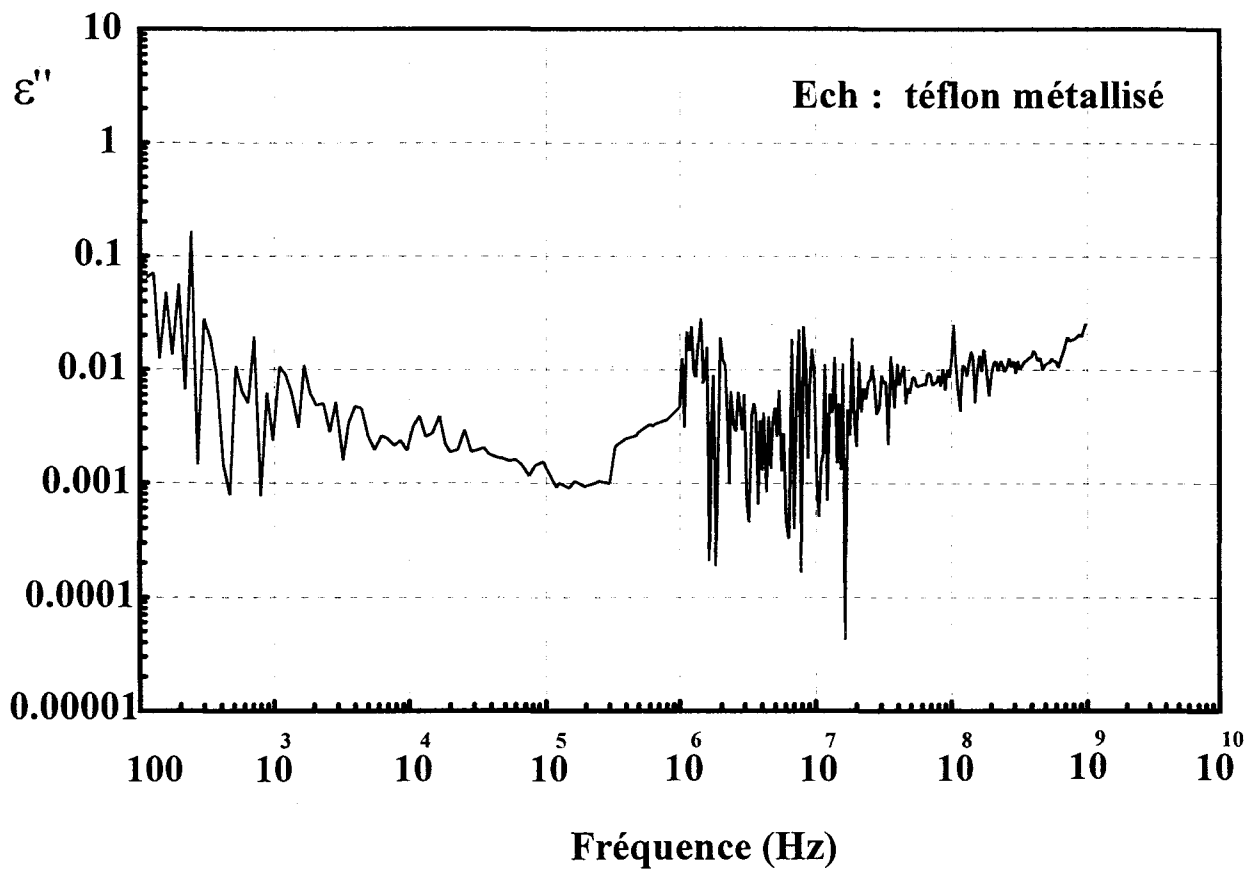
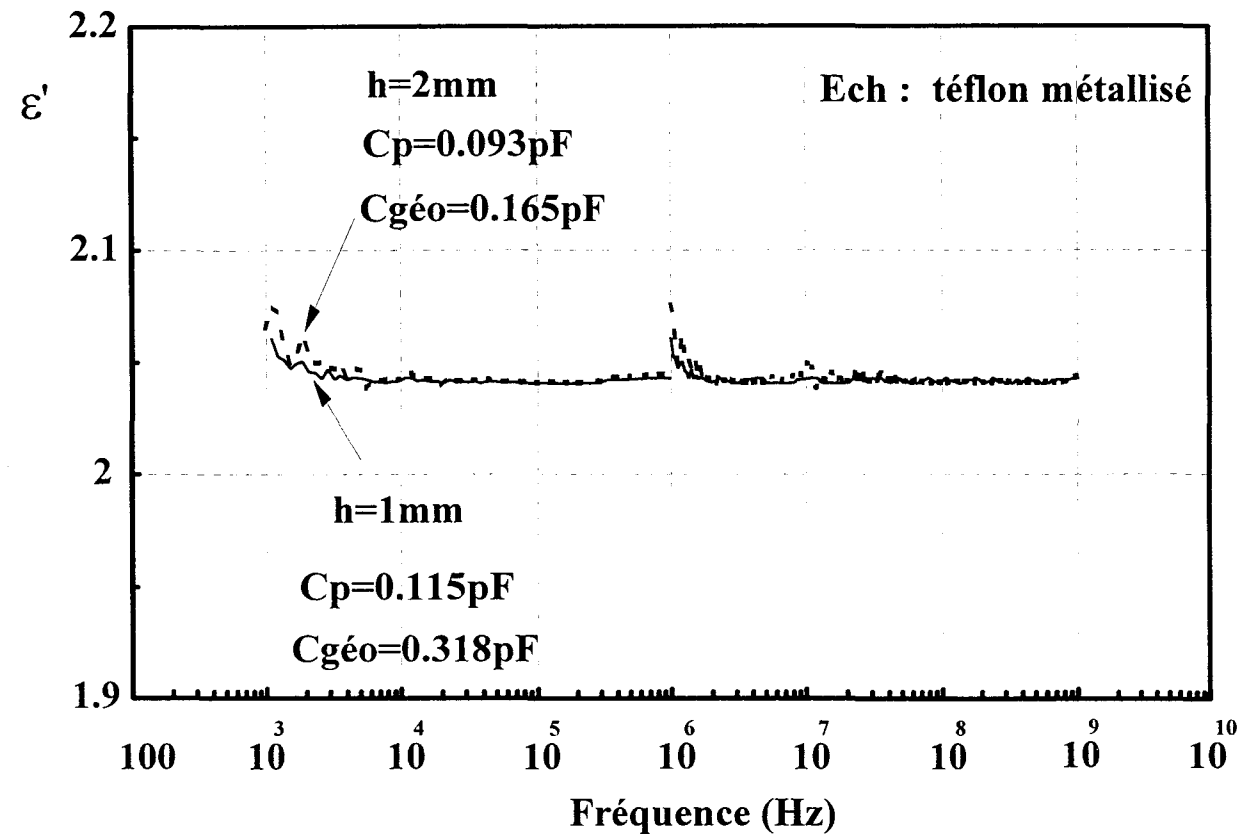


Figure I-17 : Mesure du téflon en cellule pastille.

Dans la relation I-12,  $Y_s$  représente l'admittance du dipôle à l'extrémité de la cellule. Trois configurations sont possibles [17]:

- circuit ouvert ( $Y_s = jC_0\omega$  avec  $C_0 = C_{00} + C_{01}f + C_{02}f^2 + \dots$ [18]),
- court-circuit ( $Y_s = \infty$ ),
- charge adaptée ( $Y_s = Y_c$ ).

En posant  $Y_s = Y_c' \coth(\theta)$ , l'admittance d'entrée de la cellule (équation I-13) se réduit à l'expression suivante :

$$Y_e = Y_c' \coth(\gamma' d + \theta) \quad (I-15)$$

A partir des relations précédentes, nous aboutissons au système d'équations suivant qui permet d'accéder à la permittivité  $\varepsilon^*$  du matériau :

$$\begin{cases} j\beta dy_e = j\beta d \sqrt{\varepsilon^*} \coth(j\beta d \sqrt{\varepsilon^*} + \theta) & (I-16) \\ j\beta dy_s = j\beta d \sqrt{\varepsilon^*} \coth(\theta) & (I-17) \end{cases}$$

où  $y_e$  et  $y_s$  sont respectivement les admittances réduites par rapport à  $Y_c$ .

La résolution de ce système d'équations est faite en utilisant la méthode numérique de Newton Raphson (cf. annexe 1).

#### **I-4 Validation expérimentale**

La validation des différentes techniques de caractérisation dipôles étudiées dans ce chapitre est réalisée à l'aide de différents matériaux "étalons". Il s'agit de diélectriques faibles pertes : téflon et matériaux commerciaux de la société Emerson et Cuming (matériaux Stycast Hik de type céramique). Les échantillons de géométries différentes (pastilles et manchons



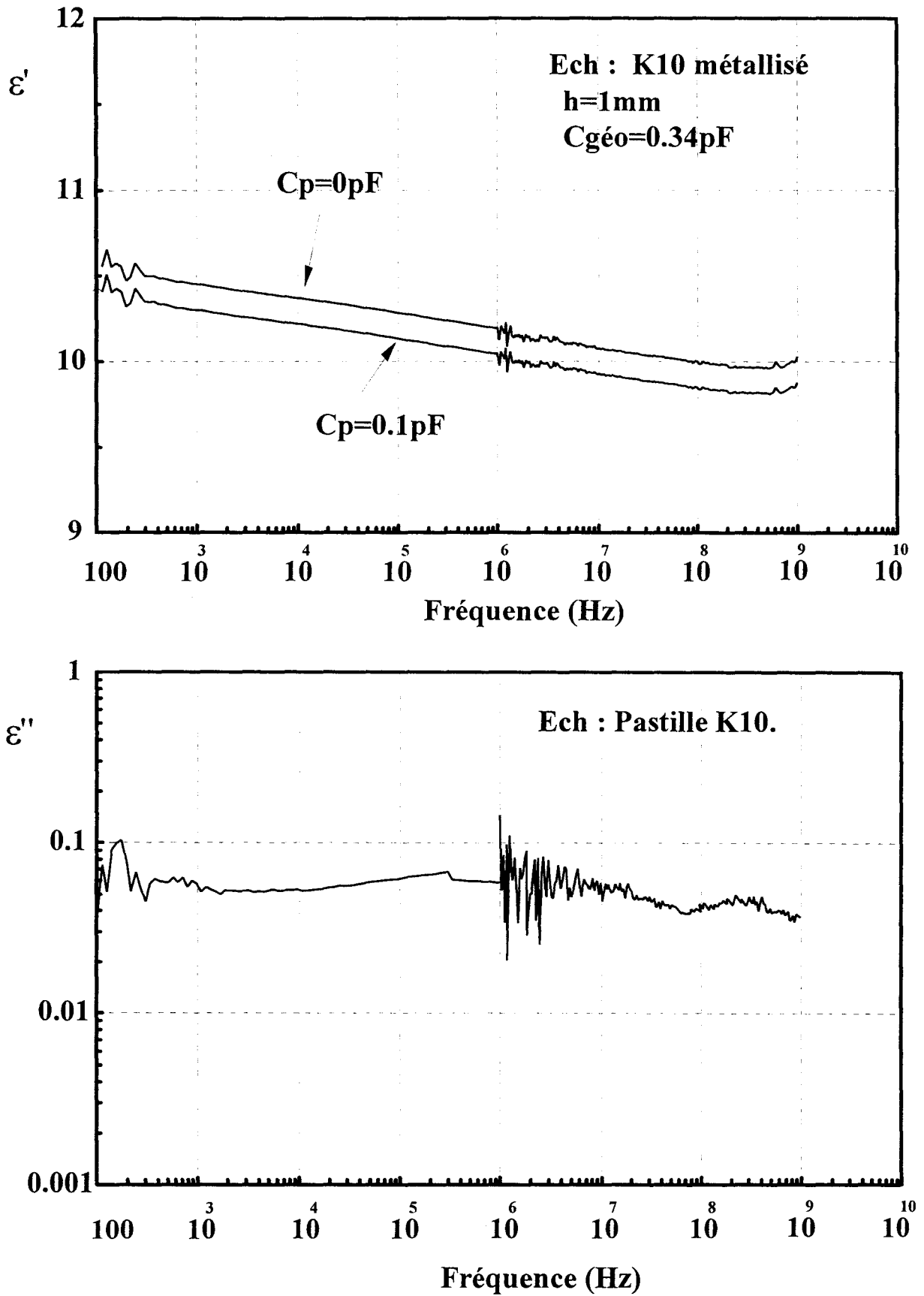


Figure I-18 : Mesure du matériau K10 en cellule pastille.

coaxiaux) ont été réalisés dans les mêmes blocs de matériaux. Nous les avons métallisés pour éviter les problèmes de contact électrique et d'interstices d'air.

Nous donnons figure I-17 les résultats obtenus avec la cellule pastille pour des échantillons de téflon d'épaisseurs 1 et 2 mm. Les valeurs de la capacité parasite  $C_p$  ont été choisies pour obtenir un bon accord de  $\epsilon'$  avec les données de la littérature ( $\epsilon' = 2.04$  et  $4 \cdot 10^{-4} \leq \epsilon'' \leq 10^{-3}$  à 1 MHz [19]). La valeur de cette capacité est de l'ordre de 0.1 pF pour les deux épaisseurs. Etant donnée la faible permittivité du téflon, cette capacité doit être prise en compte dans le calcul de la permittivité pour obtenir une précision suffisante.

Sur la figure I-18, nous donnons les résultats obtenus pour le matériau K10. Les permittivités sont en accord avec celles données par le constructeur ( $\epsilon' = 10 \pm 3\%$  à 1 GHz). La permittivité de ce matériau étant plus importante, l'influence de la capacité  $C_p$  est nettement plus faible. En effet, la variation de permittivité pour  $C_p = 0$  et  $C_p = 0.1\text{pF}$  n'est que de 2 %. Ce résultat montre que lorsque la permittivité du matériau ou la capacité géométrique  $\epsilon' C_{\text{géo}}$  sont suffisamment élevées,  $C_p$  peut être négligé dans le calcul de la permittivité.

Pour la cellule coaxiale, nous avons reporté sur la figure I-19 les résultats obtenus pour le matériau K10 dans la gamme 100 Hz - 18 GHz [20]. Ces résultats montrent un bon recoupement avec les mesures précédentes effectuées en cellule pastille (écart de 2 %).

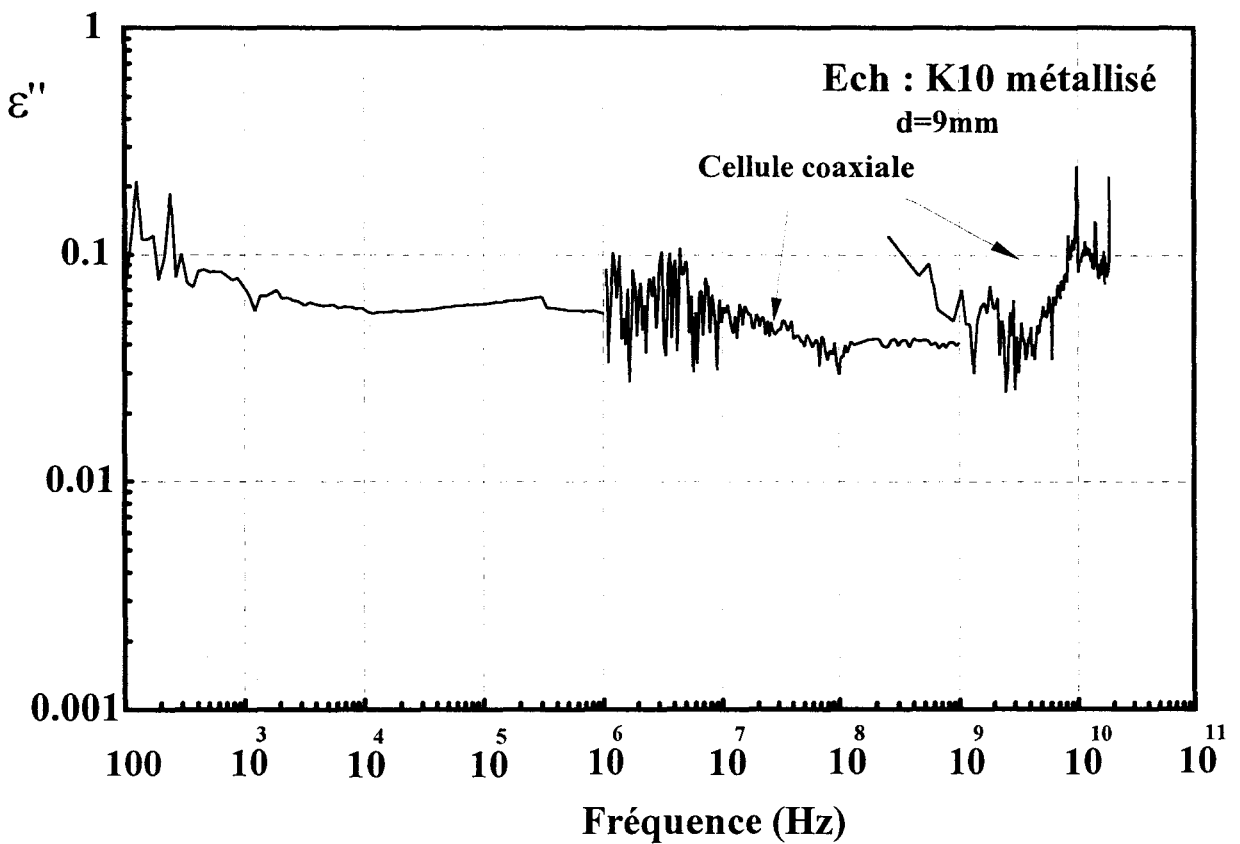
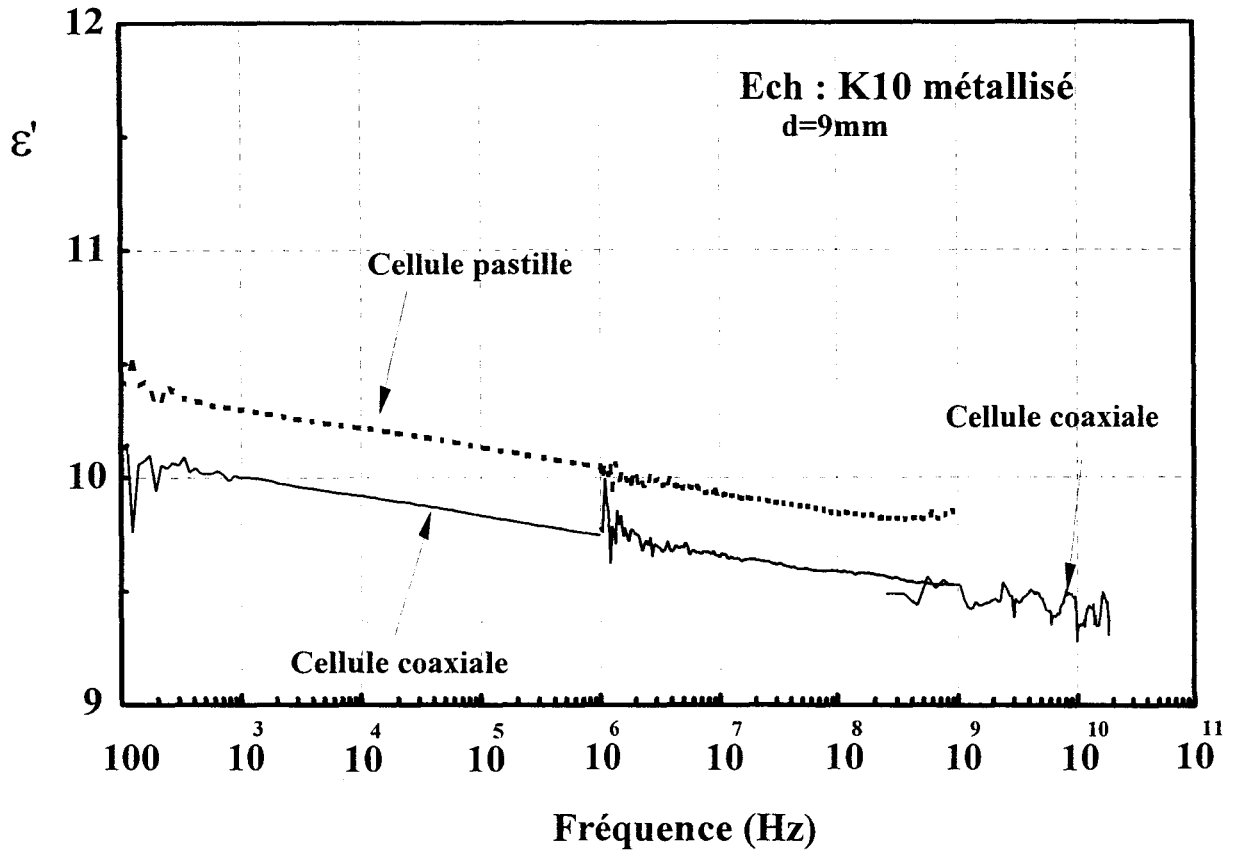


Figure I-19 : Mesure du matériau K10 en cellule coaxiale.

# **BIBLIOGRAPHIE**

## **Chapitre I**

- [1] Notice d'utilisation " Impedance analyzer HP 4192A "
  
- [2] C. T. MORSE:  
J. Phys. E. Sci. Ins., 7, 1974, pp 657.
  
- [3] Notice d'utilisation " Impedance analyzer HP 4191A "
  
- [4] P. BAREAU:  
" Mesures en radiofréquences - Analyseurs de réseaux en micro-ondes "  
Techniques de l'ingénieur, traité Mesures et Contrôle, R 1145, pp 1 - 18.
  
- [5] J. P. PARNEIX, A. M'KADMI, M. EL KADIRI, C. LEGRAND, A. CHAPOTON  
Rapport de Contrat Schlumberger - Février 1986.
  
- [6] M. A. STUCHLY, S. S. STUCHLY  
" Coaxial Line Reflection Methods for Measuring Dielectric at Radio and Microwave  
Frequencies - A Review "  
IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. IM-29, September 1980, pp 176 - 183.
  
- [7] M. EL KADIRI:  
" Sur la caractérisation électrique de matériaux isotropes par spectroscopie  
temporelle et fréquentielle. Application à l'étude des mécanismes de conduction dans  
les polymères électroactifs "  
Thèse d'état, Lille, le 26 Juin 1986.
  
- [8] H. E. BUSSEY:  
" Measurement of rf properties of materials a survey "  
Proc. IEEE, vol.55, June 1967, pp 1046 - 1053.

- [9] C. LEGRAND:  
" Mesures automatiques de permittivités, application à la caractérisation diélectrique de substances mésomorphe."  
Thèse d'Université, Lille, le 10 Juillet 1984.
- [10] A. CHAPOTON, A. OUAGAR, J. J. BONTE, C. LEGRAND, J. P. PARNEIX  
" Caractérisation diélectrique d'échantillons solides et liquides "  
Rapport de contrat Institut Français du Pétrole, Mars 1988.
- [11] G. DAMBRINE:  
" Caractérisation des transistors à effet de champ : mesure précise de la matrice de répartition et détermination directe du schéma équivalent."  
Thèse d'Université, Lille, le 3 Mars 1989.
- [12] Vector Measurements of High Frequency Networks  
Hewlett Packard
- [13] M. A. RZEPECKA, S. S. STUCLY  
" A Lumped Capacitance Method for the Measurement of the Permittivity and Conductivity in the Frequency and Time Domain - A Further Analysis "  
IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. IM-24, March 1975, pp 27 - 32.
- [14] M. MARCUVITZ:  
" Waveguide Handbook."  
New York, Graw Hill, 1951.
- [15] A. OUAGAR  
DEA, Lille, Octobre 1988.

- [16] F. GARDIOL  
" Hyperfréquences "  
Edition DUNOD
- [17] J.J. BONTE:  
"Contribution à la caractérisation électromagnétique de nouveaux matériaux dans  
une large bande de fréquences."  
Thèse d'Université, Lille, le 29 Juin 1990.
- [18] " Spécifications des performances du système analyseur de réseau HP 8510 "  
Notice technique Hewlett Packard.
- [19] A. R. VON HIPPEL:  
" Les diélectriques et leurs applications "  
DUNOD, 1961.
- [20] J. HINOJOSA, L. FAUCON, C. LEGRAND, A. BOUGHRIET, A.CHAPOTON:  
"Mesures en propagation guidée des paramètres électromagnétiques de  
matériaux dans la gamme de fréquences 45 MHz-40 GHz."  
Journées d'études Caractérisation Microonde des Matériaux (J.C.M.M),  
Arcachon du 7 au 9 Octobre 1992.

## *CHAPITRE II*



**Chapitre II**  
**Caractérisation électromagnétique ( $\epsilon^*$ ,  $\mu^*$ ) de matériaux**  
**en structure quadripôle**

### **II-1 Introduction**

Dans ce chapitre, nous présentons les méthodes de caractérisation en configurations quadripôles. Ces techniques permettent la caractérisation électromagnétique de matériaux dans la gamme des micro-ondes.

Nous décrivons les cellules réalisées qui sont du type coaxiale et guide d'ondes rectangulaire. Nous proposons une nouvelle procédure de calcul de la permittivité complexe dans le cas de matériaux diélectriques. Cette dernière élimine les instabilités généralement observées pour les matériaux à faibles pertes.

Nous validons les techniques à l'aide de matériaux étalons et étudions l'influence des interstices d'air et des modes supérieurs à partir de matériaux à fortes permittivité.

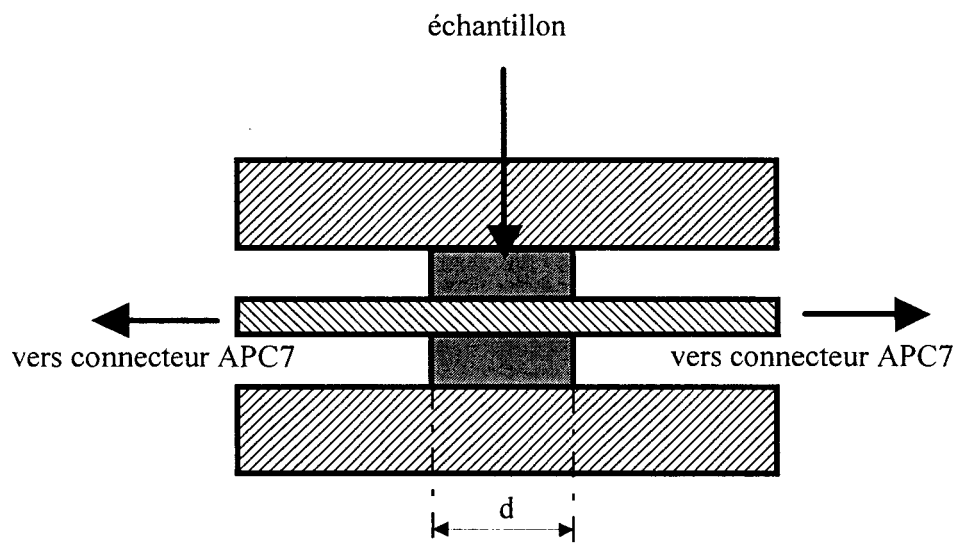


Figure II-1 : Vue schématique de la cellule coaxiale.

## **II-2 Dispositif de mesure et cellules associées**

### **II-2-1 Dispositif de mesure : l'analyseur de réseaux HP 8510B (45 MHz - 40 GHz)**

Le dispositif de mesure en hyperfréquences pour les cellules quadripôles est identique à celui décrit dans le chapitre précédent (cf. § I-2-1-b). Il s'agit de l'analyseur de réseaux HP 8510B. Dans ce cas, celui-ci est utilisé pour mesurer les coefficients de réflexion et de transmission de la cellule remplie de l'échantillon à caractériser.

### **II-2-2 Cellules de mesures associées**

Les cellules quadripôles sont obtenues en insérant un échantillon de longueur connue dans une ligne de propagation. Le quadripôle est défini par les deux plans d'entrée de l'échantillon. Pour réaliser ces cellules, nous avons retenu deux types de structure :

- l'une, coaxiale,
- l'autre, guide d'ondes rectangulaire.

Notre choix est justifié par la facilité de mise en forme des échantillons à caractériser. La cellule coaxiale a été conçue dans le standard APC7 (jusque 18 GHz). Par contre, pour les guides rectangulaires, nous avons retenu différents standards pour couvrir une plus large bande de fréquences (8.2 - 40 GHz).

#### **a) Cellule coaxiale**

Une vue schématique ainsi qu'un plan détaillé de la cellule réalisée sont donnés respectivement sur les figures II-1 et II-2. L'échantillon est conditionné dans un tronçon de ligne coaxiale. La liaison aux câbles souples de l'analyseur est effectuée par des connecteurs de standard APC7. La cellule a été conçue pour des mesures en température à l'aide du système de régulation de température décrit au chapitre précédent (cf. § I-2-2-b). A cet effet, les tronçons de ligne assurant la liaison connecteur APC7 - porte échantillon sont réalisés en acier inoxydable et jouent ainsi le rôle de transition thermique. Le centrage du conducteur

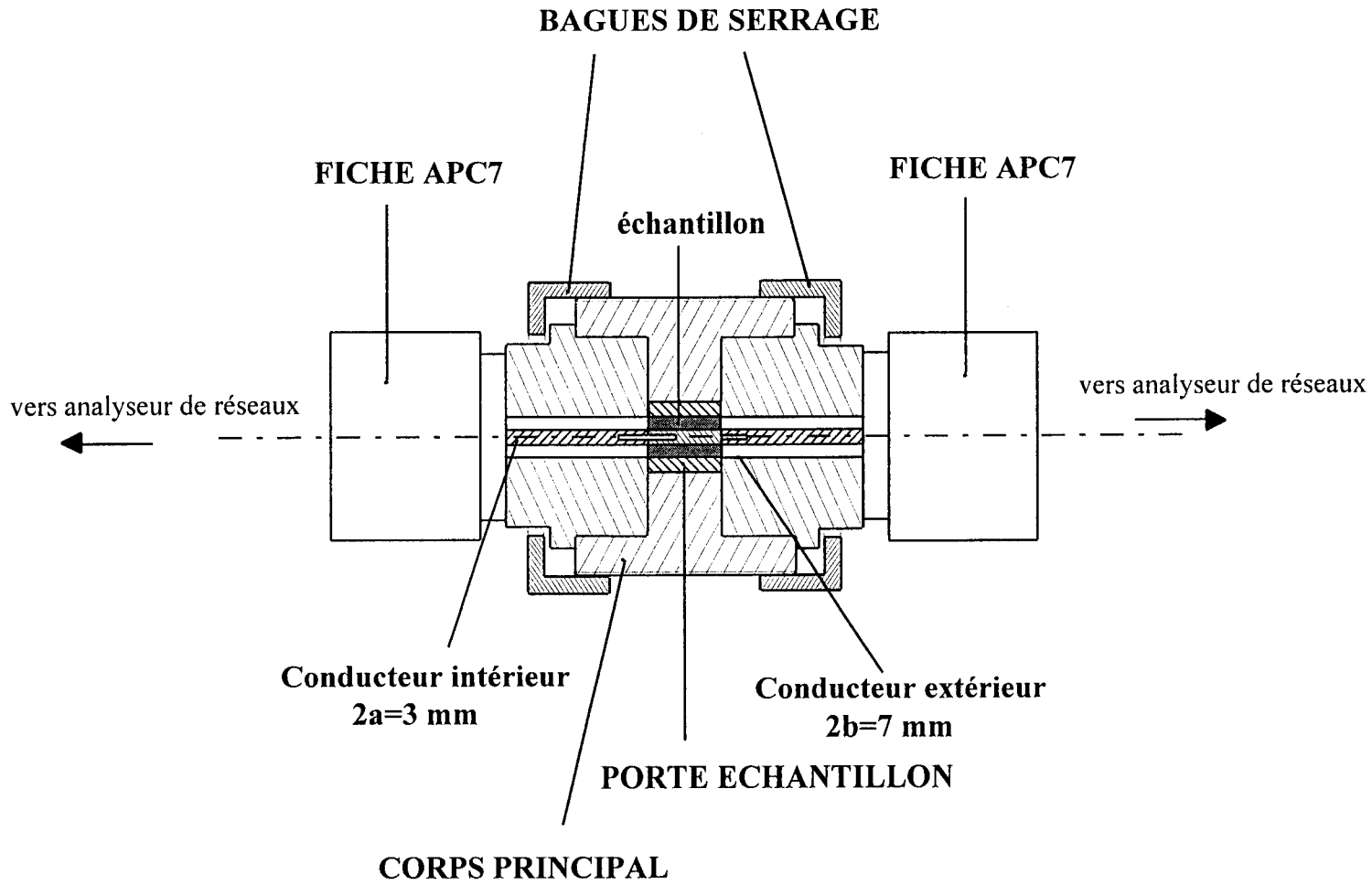


Figure II-2 : Vue détaillée de la cellule coaxiale quadripole.

intérieur d'une de ces transitions est effectué par un manchon en silice (faibles pertes et  $\epsilon' = 3.71$ ). Les dimensions de ce manchon sont choisies pour maintenir l'impédance caractéristique dans la ligne ( $50 \Omega$ ).

### **b) Cellule guide d'ondes rectangulaire**

Une vue schématique de la cellule est donnée sur la figure II-3. Elle est constituée des éléments suivants :

- deux transitions "coaxial - guide" permettant de connecter la cellule à l'analyseur de réseaux via des câbles souples au standard APC7 ou APC2.4.

- deux tronçons de guide placés à la suite des transitions assurant la liaison jusqu'au porte-échantillon. Leurs longueurs sont choisies supérieures à trois fois la longueur d'onde guidée pour assurer l'établissement du mode  $TE_{01}$ .

- un porte-échantillon rempli du matériau à caractériser et inséré entre les deux tronçons de guide.

Différents standards ont été utilisés pour couvrir la gamme de fréquences 8.2 à 40 GHz. Ces standards ainsi que les longueurs des porte-échantillons réalisés sont donnés dans le tableau II-1.

Bandes de fréquences (GHz)	a (mm) × b(mm)	d(mm)
X : 8.2 - 12.4	22.86 × 10.16	10 ; 20 ; 30 ; 50
Ku : 12.4 - 18	15.81 × 7.9	6 ; 10 ; 20
K : 18 - 26.5	10.67 × 4.32	4.5 ; 10 ; 15
Ka : 26.5 - 40	7.11 × 3.556	5 ; 6 ; 7.9 ; 10

Tableau II-1 : Caractéristiques des cellules guide d'ondes rectangulaire.

Par rapport à la cellule coaxiale décrite précédemment, la cellule guide d'ondes rectangulaire présente les avantages suivants :

- simplification de l'usinage des échantillons.

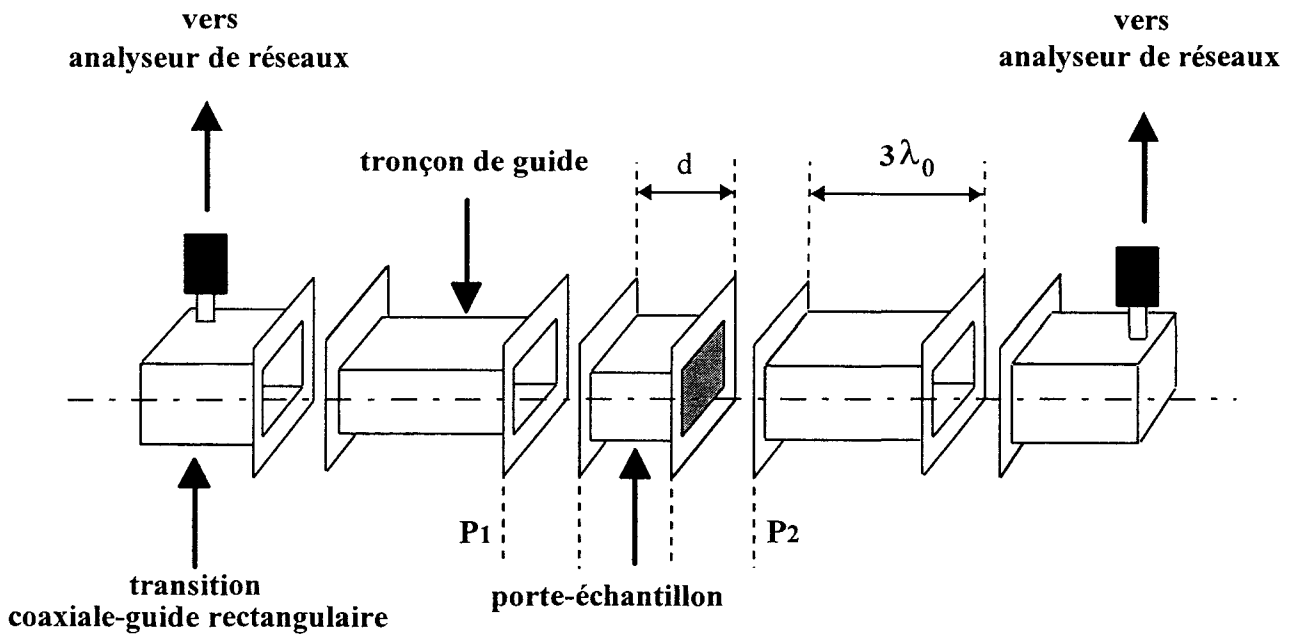


Figure II-3 : Cellule de mesures en guide d'ondes rectangulaire.

- suppression du problème de contact électrique échantillon - conducteur intérieur. Une métallisation des échantillons parallélépipédiques peut être nécessaire sur les grands côtés (côté où le champ électrique n'est pas nul) pour éviter les problèmes de gaps d'air.

- possibilité de mesurer l'anisotropie des matériaux. En effet, la carte de champ électrique du mode  $TE_{01}$  permet l'étude de matériaux anisotropes (mesures de  $\epsilon_{//}^*$  et  $\epsilon_{\perp}^*$ ).

- montée en fréquence plus facile en particulier, dans le domaine millimétrique (problème de dimensions).

L'inconvénient de la structure guide d'ondes rectangulaire est la gamme de fréquences réduite que l'on peut couvrir avec un standard donné.

### **II-2-3 Calibrage dispositif - cellule**

Pour la méthode réflexion / transmission, la caractérisation du matériau ( $\epsilon^*$ ,  $\mu^*$ ) est effectuée en mesurant le coefficient de réflexion et de transmission du quadripôle sous test [1]-[3]. Pour les deux types de cellules (coaxiale ou guide d'ondes rectangulaire), le calibrage est effectué dans les plans de l'échantillon. Ce calibrage consiste à prendre en compte toutes les imperfections de l'analyseur et celles dues aux transitions et câbles de connexion. Il utilise un modèle à 12 termes d'erreurs permettant la mesure d'un quadripôle non symétrique (figure II-4). Les termes d'erreurs en mesure directe sont [4] [5]:

- la directivité  $D_{id}$ ,
- la désadaptation de la source  $D_{esd}$ ,
- la désadaptation de charge  $D_{ecd}$ ,
- la réponse en fréquence en réflexion  $R_{rd}$ ,
- la réponse en fréquence en transmission  $R_{td}$ ,
- l'isolation  $C_d$  qui est en général considérée négligeable.

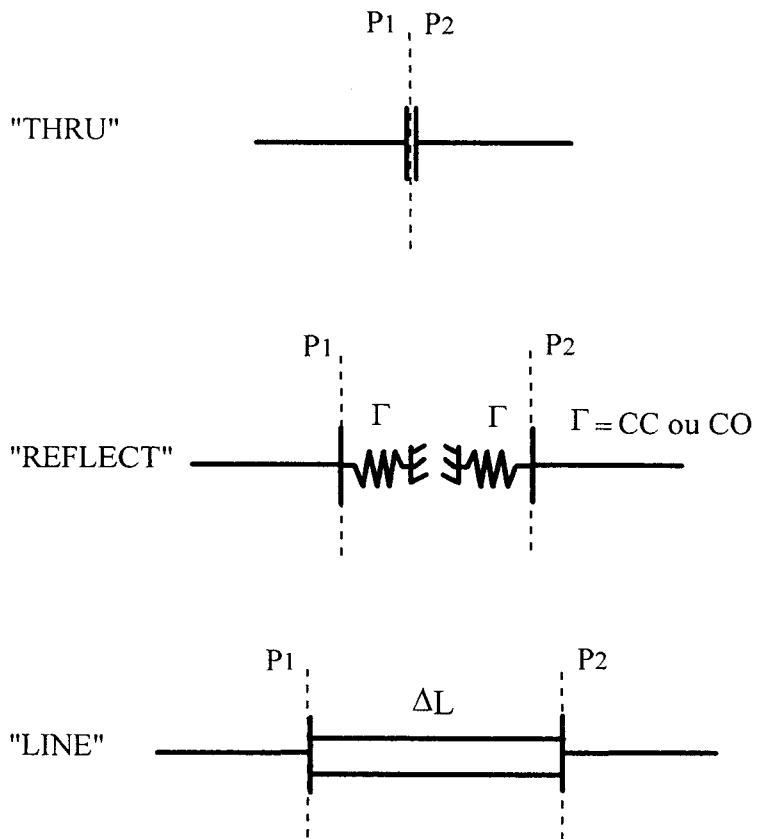


Figure II-5 : Eléments de référence de la méthode T.R.L.



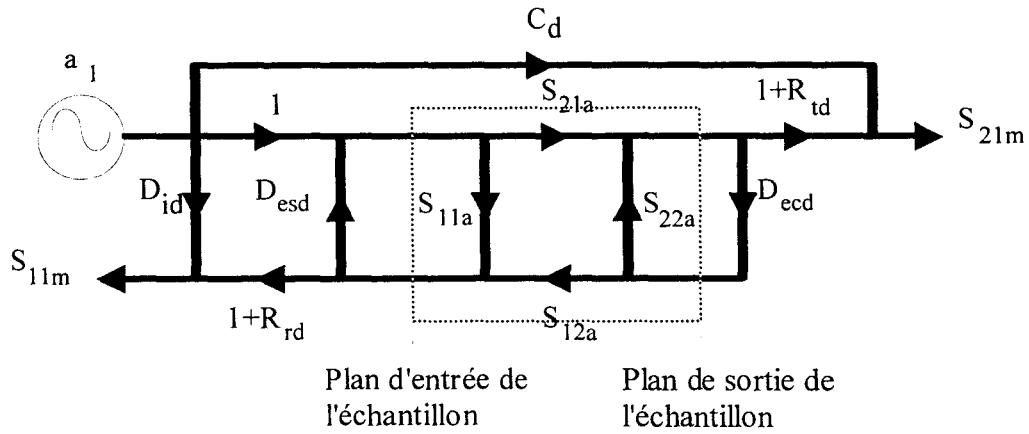


Figure II-4 : Modèle d'erreurs pour la mesure de quadripôles (cas de la mesure directe).

Nous avons utilisé la méthode T.R.L (Thru - Reflect - Line) définissant les plans de mesure directement dans les plans de l'échantillon. Cette méthode est particulièrement intéressante pour la cellule guide d'ondes rectangulaire pour laquelle nous ne disposons pas de charge adaptée et de circuit-ouvert larges bandes. Les éléments de référence correspondant à cette méthode sont représentés sur la figure II-5 [6] [7].

Le calibrage se fait en trois étapes :

- Thru : connexion directe des plans  $P_1$  et  $P_2$  (figure II-5),
- Reflect : connexion de l'élément de court-circuit successivement dans les deux plans  $P_1$  et  $P_2$ ,
- Line : connexion de la ligne de longueur  $\Delta L$  entre les deux plans  $P_1$  et  $P_2$ .

La longueur de cette ligne doit vérifier un critère de phase [7] qui s'exprime par la relation suivante :

$$20^\circ < 360^\circ \frac{\Delta L}{\lambda_{0g}} < 160^\circ$$

où  $\lambda_{0g}$  : est la longueur d'onde guidée dans l'air.

Pour cela, la longueur  $\Delta L$  de la ligne a été choisie voisine de  $\lambda_{0g}/4$ . Nous donnons dans le tableau II-2 les valeurs utilisées.

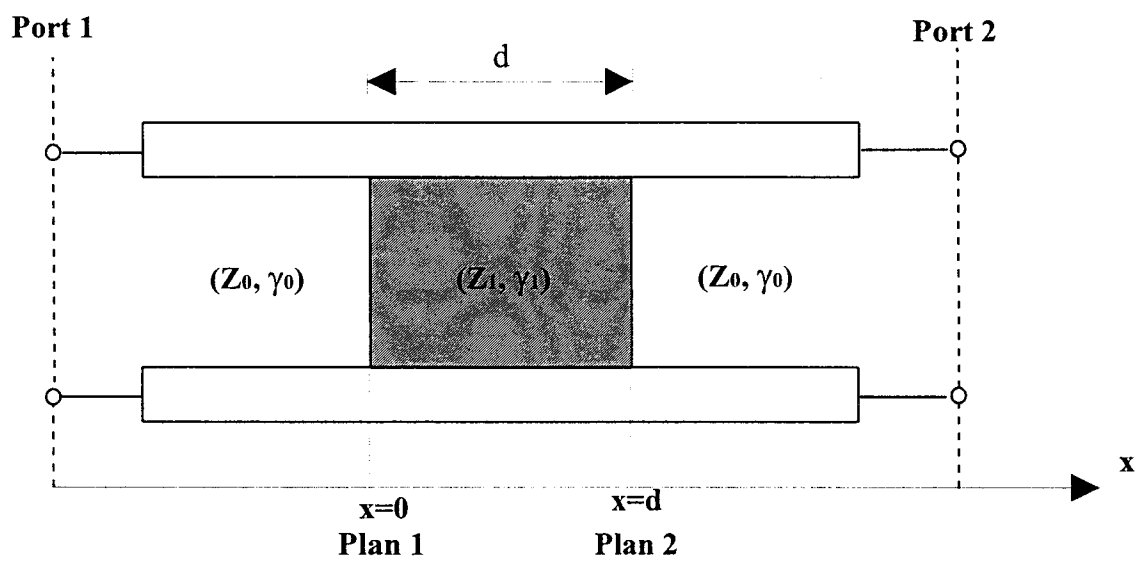


Figure II-6 : Echantillon sous test dans une ligne de transmission.

	Bandes de fréquences (GHz)	"Line" : $\Delta L$ (mm)
Cellule guide d'ondes rectangulaire	X : 8.2 - 12.4	10
	Ku : 12.4 - 18	6.32
	K : 18 - 26.5	4.51
	Ka : 26.5 - 40	1.98
Cellule coaxiale	0.05 - 18	7

Tableau II-2 : Longueur de la "Line" utilisée dans le calibrage T.R.L.

Le calibrage de type "T.R.L" est peu adapté aux basses fréquences ( $< 2$  GHz) à cause de la longueur de la ligne de référence qui devient très importante ( $\sim$  de 10 cm). C'est pourquoi dans cette gamme de fréquences ( $< 2$  GHz) pour la cellule coaxiale, nous avons utilisé la méthode de calibrage "L.R.M" (Line - Reflect - Match) [8]. Pour cette méthode, l'étalon "Line" est remplacé par deux charges adaptées ( $50 \Omega$ ) connectées respectivement dans les deux plans de la mesure. La méthode de calibrage T.R.L est utilisée de 2 à 18 GHz. Les modèles d'erreurs des méthodes de calibrage T.R.L et L.R.M sont identiques (modèles à 12 termes d'erreurs).

## **II-3 Etude des différentes méthodes de dépouillement**

### **II-3-1 Détermination des paramètres électromagnétiques : la méthode de Nicolson Ross Weir (NRW)**

#### **a) Méthode de Nicolson Ross Weir (NRW)**

Nicolson, Ross [1] et Weir [2] sont les premiers à avoir proposé une procédure de calcul des paramètres électromagnétiques d'un matériau basée sur des mesures réflexion/transmission et donc adaptée aux analyseurs de réseaux. Cette procédure large bande de fréquences s'applique aux cellules coaxiales et guides d'ondes rectangulaires (cf. § II-2-2)

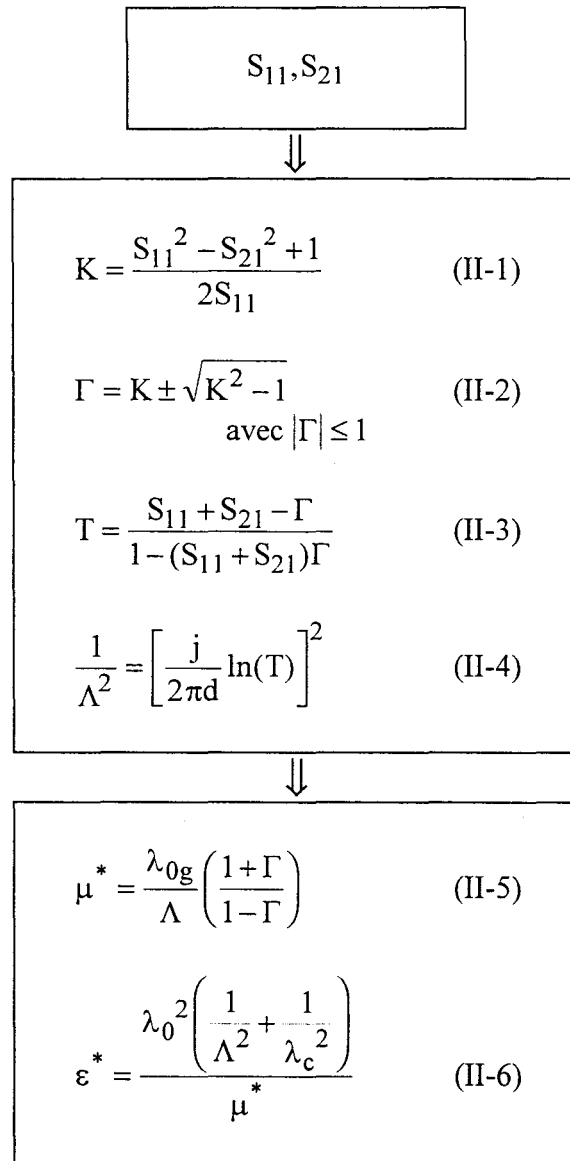


Figure II-7 : Méthode de Nicholson-Ross-Weir (NRW).

et considère une propagation monomode dans l'échantillon (mode TEM pour la cellule coaxiale et mode  $TE_{01}$  pour le guide d'ondes rectangulaire). Les paramètres électromagnétiques ( $\epsilon^*$  et  $\mu^*$ ) du matériau s'obtiennent à partir des coefficients de réflexion ( $S_{11}$ ) et de transmission ( $S_{21}$ ) définis dans les plans de l'échantillon (figure II-6) par un calcul analytique (calcul non itératif). Ce dernier point représente le principal avantage de cette méthode. La méthode NRW est rappelée figure II-7. Le calcul des paramètres électromagnétiques ( $\epsilon^*$ ,  $\mu^*$ ) du matériau comprend deux étapes.

La première étape consiste à calculer la première réflexion  $\Gamma$ , le coefficient de transmission  $T$  et le terme  $\frac{1}{\Lambda^2}$  à l'aide des relations II-1 à II-4. Les expressions II-1 à II-3 utilisées pour le calcul de  $\Gamma$  et  $T$  sont établies à partir des relations donnant les coefficients de réflexion et de transmission dans les plans de l'échantillon [9]-[12] :

$$S_{11} = \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2T^2} \quad (\text{II-7})$$

$$S_{21} = \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2T^2} \quad (\text{II-8})$$

La relation II-4 donnant  $\frac{1}{\Lambda^2}$  s'obtient à partir des expressions du coefficient de transmission  $T$ , du terme  $\frac{1}{\Lambda}$  et de la constante de propagation dans le matériau  $\gamma_1$  [11] :

$$T = \exp(-\gamma_1 d) \quad (\text{II-9})$$

$$\frac{1}{\Lambda} = j \frac{\gamma_1}{2\pi} \quad (\text{II-10})$$

$$\gamma_1 = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{\epsilon^* \mu^* - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2} \quad (\text{II-11})$$

où  $\lambda_0$  et  $\lambda_c$  sont respectivement la longueur d'onde libre dans l'air et la longueur d'onde de coupure dans le guide. Le terme  $\frac{1}{\Lambda}$  est tel que  $\Re\left(\frac{1}{\Lambda}\right) = \frac{1}{\lambda_1}$  où  $\lambda_1$  est la longueur d'onde guidée dans le matériau [12]:

$$\lambda_1 = \frac{2\pi}{\sqrt{\omega^2 \frac{(\sqrt{\varepsilon_c'^2 + \varepsilon_c''^2} + \varepsilon_c')}{2} \mu' - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c}\right)^2}} \quad (\text{II-12})$$

La deuxième étape consiste à calculer la permittivité et la perméabilité complexes à l'aide des relations II-5 et II-6. L'équation II-5 utilisée pour le calcul de la permittivité complexe est déduite de l'expression suivante de  $\frac{1}{\Lambda^2}$  obtenue en remplaçant  $\gamma_1$  par son expression dans l'équation II-10 :

$$\frac{1}{\Lambda^2} = \left( \frac{\varepsilon^* \mu^*}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2} \right) \quad (\text{II-13})$$

L'équation II-5 utilisée pour le calcul de la perméabilité complexe est déduite de l'expression suivante de la première réflexion  $\Gamma$  :

$$\Gamma = \frac{\mu^* \gamma_0 - \gamma_1}{\mu^* \gamma_0 + \gamma_1} \quad (\text{II-14})$$

Cette expression s'obtient à partir des relations suivantes [13][14] :

$$\Gamma = \frac{Z_1 - Z_0}{Z_1 + Z_0} \quad (\text{II-15})$$

$$Z_0 = \frac{j\omega\mu_0}{\gamma_0} \quad (\text{II-16})$$

$$Z_1 = \frac{j\omega\mu_0\mu^*}{\gamma_1} \quad (\text{II-17})$$

où  $Z_0$  et  $Z_1$  sont respectivement l'impédance caractéristique (cellule coaxiale) ou d'onde (guide d'ondes rectangulaire) de la cellule vide et remplie de matériau,  $\omega = 2\pi f$  est la pulsation et  $\gamma_0$  est la constante de propagation dans la cellule vide :

$$\gamma_0 = j\frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{1 - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2} \quad (\text{II-18})$$

L'expression II-6 de la perméabilité complexe fait intervenir la longueur d'onde guidée dans la cellule vide définie par :

$$\lambda_{0g} = \frac{1}{\sqrt{\frac{1}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}}} \quad (\text{II-19})$$

Les relations II-5 et II-6 de la permittivité et de la perméabilité complexes sont valables pour les cellules coaxiale ( $\lambda_c \rightarrow \infty$ ) et guide d'ondes rectangulaire ( $\lambda_c = 2a$ ).

**b) Méthodes permettant de lever l'ambiguïté sur la phase du coefficient de transmission**

L'équation II-4 présente une infinité de solutions. Ceci est lié à l'ambiguïté sur la phase  $\phi$  du coefficient de transmission  $T$  définie à  $2\pi$  près [15] :

$$\begin{cases} \ln(T) = \ln(|T|) + j\phi & (\text{II-20}) \\ \phi = \theta + 2\pi n & (\text{II-21}) \end{cases}$$

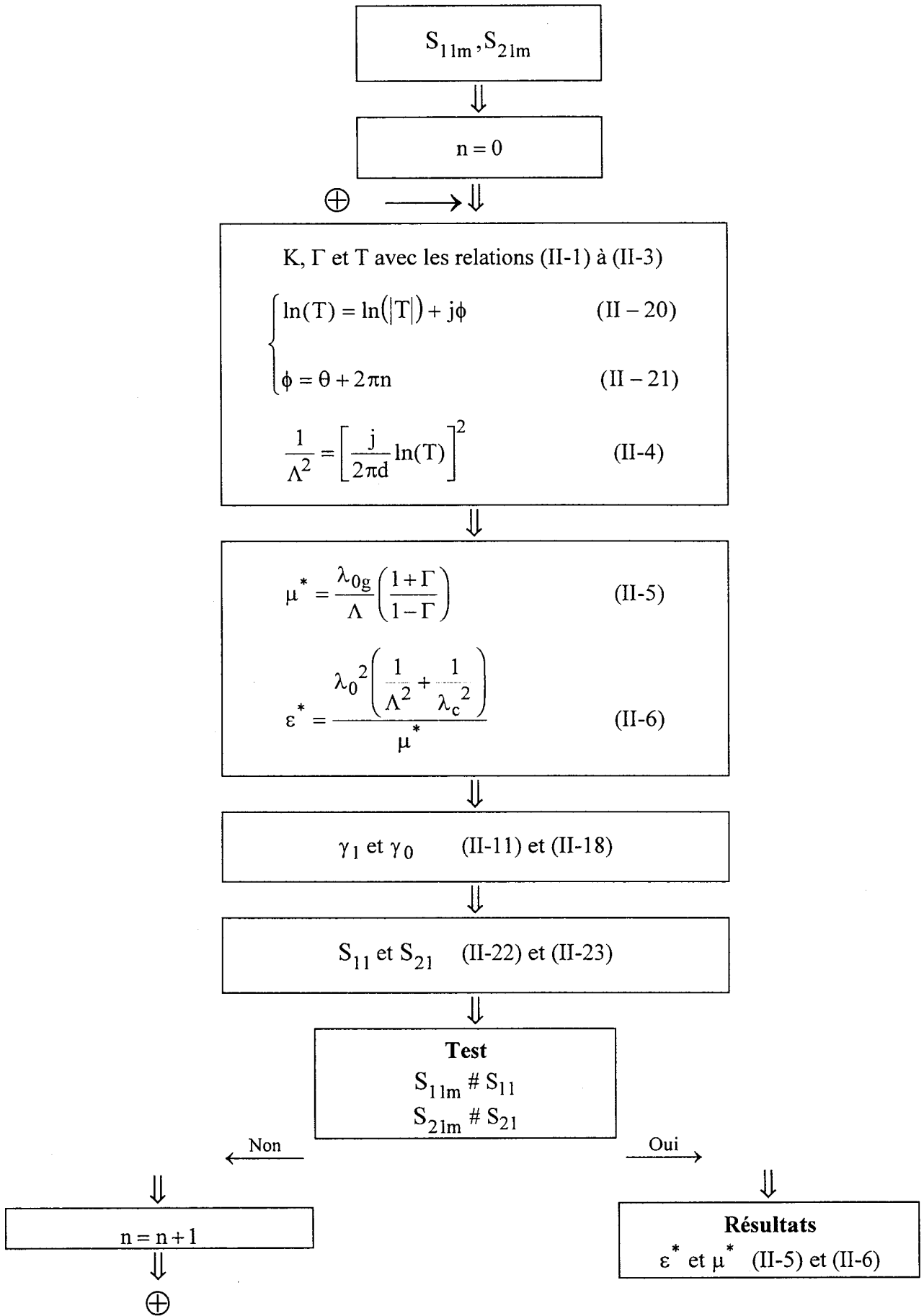


Figure II-8 : Méthode permettant de lever l'ambiguïté sur la phase du coefficient de transmission



où  $\theta$  est compris entre  $-\pi$  et  $+\pi$  et correspond à la détermination principale de  $\ln(T)$  et  $n$  est un entier, égal à la partie entière de  $\frac{d}{\lambda_1}$  qui dépend de la longueur de l'échantillon, de la

fréquence et des caractéristiques électromagnétiques du matériau (équation II-12).

L'angle  $\theta$  s'obtient numériquement à l'aide du calculateur. Par contre, l'indétermination sur  $n$  doit être levée pour obtenir les paramètres électromagnétiques du matériau.

Si l'on connaît la valeur de  $n$  à une fréquence, il est possible de prévoir son évolution en fonction de la fréquence en incrémentant (cas des fréquences croissantes) ce paramètre à chaque discontinuité (d'amplitude  $2\pi$ ) apparaissant sur  $\theta$ . Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour déterminer  $n$  à une fréquence :

- en mesurant l'un des paramètres électromagnétiques à une fréquence par une autre méthode (par exemple,  $\epsilon^*$  à l'aide de la cellule pastille). La levée de l'ambiguïté peut alors se faire directement sur la quantité  $\frac{1}{\Lambda}$ .

- en choisissant un échantillon de faible longueur pour imposer  $n$  égal à zéro, cela au détriment de la précision des mesures [10][12](cf. § II-4-5).

Nous avons développé une nouvelle méthode applicable aux matériaux non magnétiques. Cette méthode (figure II-8) est basée sur une comparaison des paramètres de la matrice de dispersion mesurés à ceux calculés pour  $n$  fixé. Le calcul des paramètres de dispersion s'effectue à l'aide des relations suivantes obtenues à partir des relations II-7, II-8, II-9 et II-14 [16] :

$$S_{11} = \frac{(\gamma_0^2 - \gamma_1^2)(1 - e^{-2\gamma_1 d})}{(\gamma_0 + \gamma_1)^2 - e^{-2\gamma_1 d}(\gamma_0 - \gamma_1)^2} \quad (\text{II-22})$$

$$S_{21} = \frac{4\gamma_0\gamma_1}{(\gamma_0 + \gamma_1)^2 e^{\gamma_1 d} - (\gamma_0 - \gamma_1)^2 e^{-\gamma_1 d}} \quad (\text{II-23})$$

Les constantes de propagation  $\gamma_1$  et  $\gamma_0$  sont calculées à l'aide des relations II-11 et II-18. La valeur de  $n$  est correcte lorsqu'on observe un bon accord entre les paramètres mesurés et

calculés. Cette méthode n'est applicable que si les variations des paramètres S en fonction de n sont supérieures aux erreurs de mesure.

### **II-3-2 Détermination de la permittivité pour les matériaux diélectriques**

#### **a) Méthode de Stuckly et al.**

En combinant les équations II-7 à II-9, II-11, II-14 et II-18, Stuckly et al. ont proposé deux autres relations pour déterminer la permittivité complexe de matériaux diélectriques dans le cas d'une ligne coaxiale [10] :

$$\varepsilon^* = -\frac{\lambda_0^2}{4\pi^2 d^2} \operatorname{arc}^2 \cosh\left(\frac{1+S_{21}^2-S_{11}^2}{2S_{21}}\right) \quad (\text{II-24})$$

$$\varepsilon^* = \left(\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma}\right)^2 = \frac{(1-S_{11})^2 - S_{21}^2}{(1+S_{11})^2 - S_{21}^2} \quad (\text{II-25})$$

L'équation II-24 présente comme l'équation II-4 une ambiguïté pour  $d \geq \lambda_0 / \left\{ 8\varepsilon' [1 + (1 + \tan 2\delta)]^{1/2} \right\}$ . L'équation II-25 ne présente pas cet inconvénient et permet la détermination de la permittivité complexe du matériau indépendamment de la longueur de l'échantillon sous test. Comme nous le verrons plus loin, la précision obtenue par cette méthode est généralement insuffisante. Elle est éventuellement utilisable pour les matériaux à très fortes pertes.

#### **b) Méthode itérative de Baker-Jarvis et al.**

Pour déterminer la permittivité complexe d'un matériau non magnétique, Baker-Jarvis et al. [12] ont proposé d'utiliser des combinaisons linéaires des paramètres scattering. La combinaison la plus utilisée est :

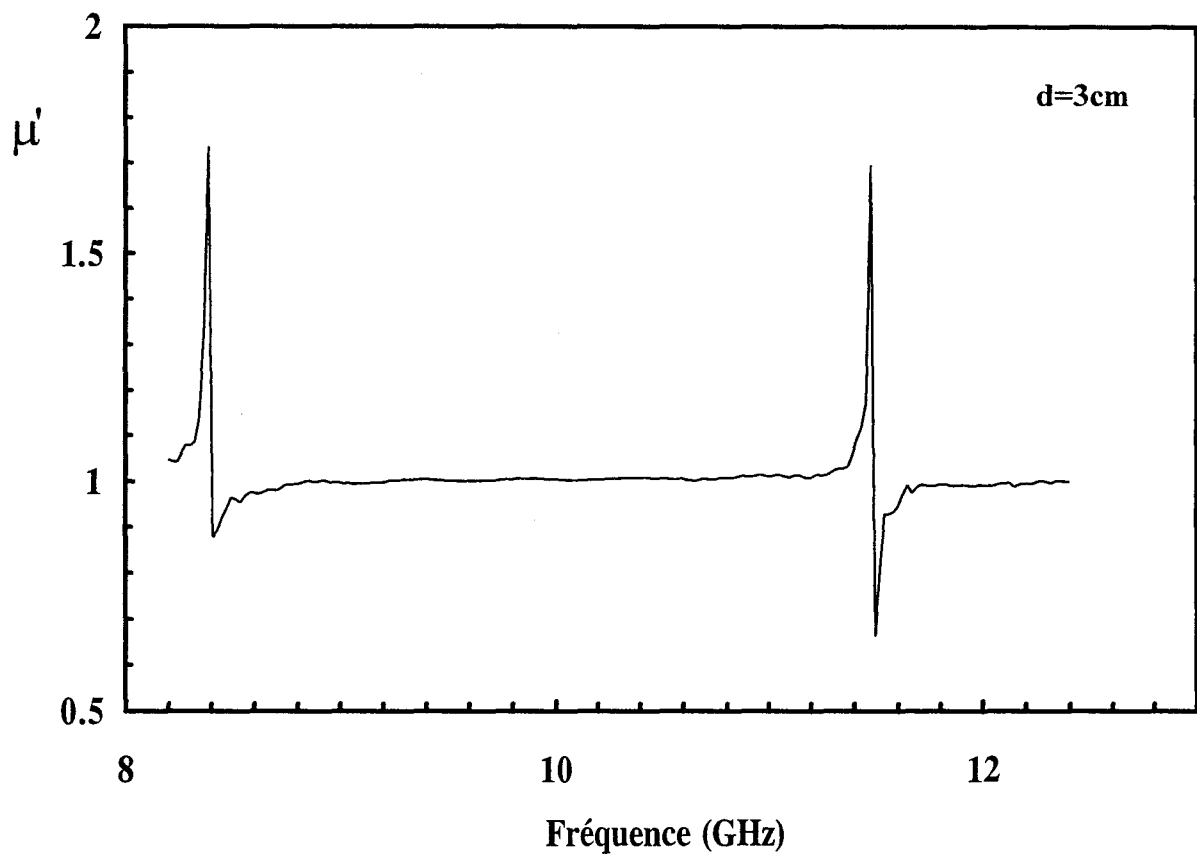
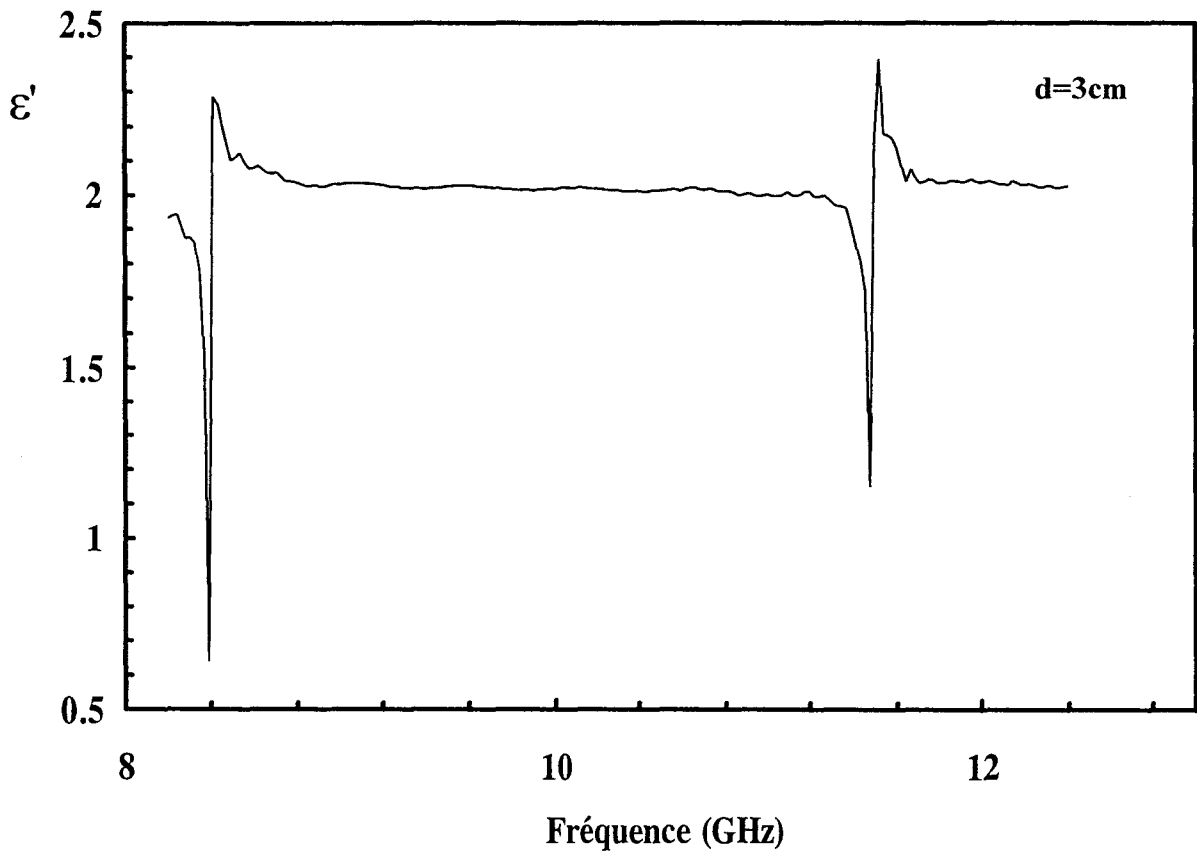


Figure II-9 : Mesure du téflon caractérisé en guide d'ondes rectangulaire (bande X).

$$\frac{1}{2} \{ [S_{12} + S_{21}] + \beta [S_{11} + S_{22}] \} = \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 T^2} + \beta \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2 T^2} \quad (\text{II-26})$$

L'équation II-26 est obtenue en considérant les expressions II-7 et II-8 des paramètres scattering en fonction de la première réflexion et du coefficient de transmission. La permittivité est calculée numériquement en résolvant l'équation II-26 (méthode de Newton Raphson, cf. annexe 1). Cette méthode itérative est applicable à la ligne coaxiale et au guide rectangulaire.  $\beta$  est un paramètre choisi par l'utilisateur qui influe sur la précision des résultats. Pour les matériaux faibles pertes, la précision est optimale pour  $\beta = 0$ ,  $\epsilon^*$  est alors calculé à partir de  $S_{21}$ . Pour les matériaux présentant des pertes,  $\beta$  doit être augmenté afin de prendre en compte le paramètre  $S_{11}$ . Lorsque  $\beta$  tend vers l'infini,  $\epsilon^*$  est calculé à partir de  $S_{11}$ . Le principal inconvénient de cette méthode itérative est qu'il faut assurer la convergence du calcul numérique par un choix judicieux de la solution initiale. Pour le premier point de mesure, cette solution initiale peut être obtenue par exemple, à partir de la méthode Stuchly (relation II-25) ou à partir de celle de NRW. Pour la suite du calcul, le résultat précédent est choisi comme solution initiale.

## **II-4 Améliorations apportées pour les matériaux diélectriques**

### **II-4-1 Pics d'imprécisions de la méthode NRW pour les matériaux à faibles pertes**

Il est bien connu que dans le cas de matériaux à faibles pertes les résultats obtenus par la procédure NRW divergent aux fréquences où la longueur de l'échantillon est un multiple de la moitié de la longueur d'onde guidée dans le matériau [12]. Cela est illustré par la figure II-9 relative aux paramètres électromagnétiques d'un échantillon de téflon mesuré à l'aide d'une cellule guide d'ondes rectangulaire. Ces instabilités s'expliquent par l'évolution du module du coefficient de réflexion  $S_{11}$  qui devient très faible à ces fréquences (résonance de longueur) et l'incertitude sur la mesure de la phase de ce paramètre qui devient alors très importante (zone

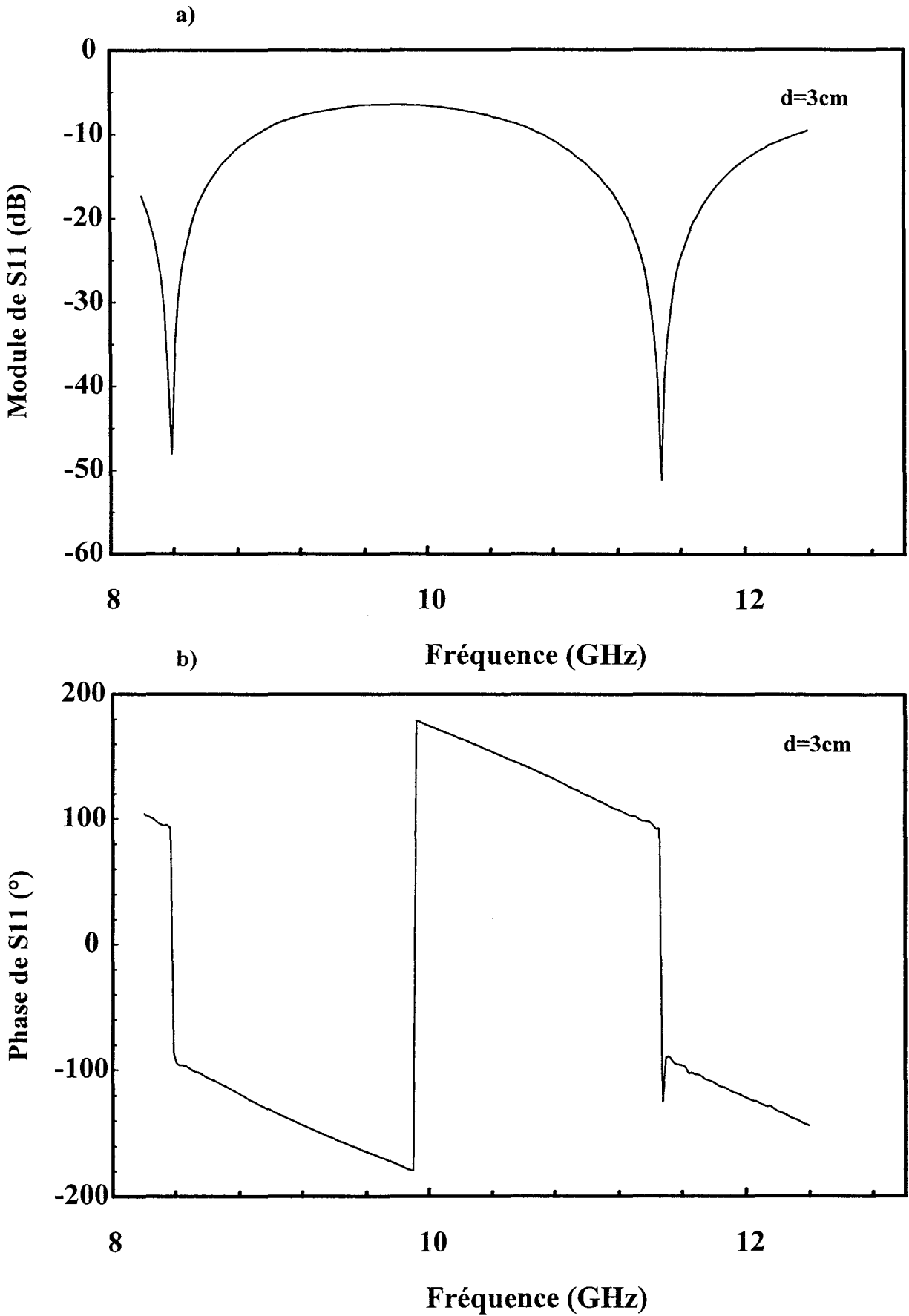


Figure II-10: Evolution du module (a) et de la phase (b) de S11 pour l'échantillon de téflon.

d'incertitude maximale définie par  $|S_{11}| < 20\text{dB}$ , cf. annexe 2). Cela apparaît sur la figure II-10 donnant les évolutions du module et de la phase du coefficient de réflexion  $S_{11}$  pour le même échantillon.

Pour corriger ces instabilités, plusieurs solutions ont été proposées dans la littérature :

- en utilisant des échantillons de faible longueur (inférieure à  $\lambda_1/2$ ) au détriment de la précision [10][12]

- en calculant la permittivité par la méthode itérative de Baker-Jarvis applicable aux matériaux diélectriques (cf. § II-3-2-b)

#### **II-4-2 Origine des pics d'imprécision**

Pour préciser l'origine des instabilités observées avec la méthode NRW pour les matériaux faibles pertes, nous avons étudié l'évolution en fonction de la fréquence des deux termes  $\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma}$  et  $\frac{\lambda_{0g}}{\Lambda}$  de l'équation II-5 intervenant dans le calcul des paramètres électromagnétiques. A titre d'exemple, les évolutions fréquentielles sont données sur les figures II-11 et II-12 du module et de la phase de ces deux termes pour l'échantillon de téflon précédent. Bien que ces termes dépendent du paramètre  $S_{11}$  (équations II-1 à II-4), les pics d'imprécision n'apparaissent que sur le terme  $\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma}$  (figure II-11). Les divergences opposées observées pour la permittivité réelles est expliquée : en effet, le terme  $\frac{1+\Gamma}{1-\Gamma}$  et son inverse  $\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma}$  intervenant dans les relations II-5 et II-6.

#### **II-4-3 Formulation différente de la méthode NRW**

Une formulation différente de la méthode NRW est proposée sur la figure II-13. Les équations II-1 à II-4 sont inchangées et une étape supplémentaire est rajoutée en introduisant les paramètres électromagnétiques effectifs ( $\epsilon_{\text{eff}}^*, \mu_{\text{eff}}^*$ ). Ces paramètres supposent un mode TEM propagé dans la cellule. Les paramètres électromagnétiques effectifs sont calculés en

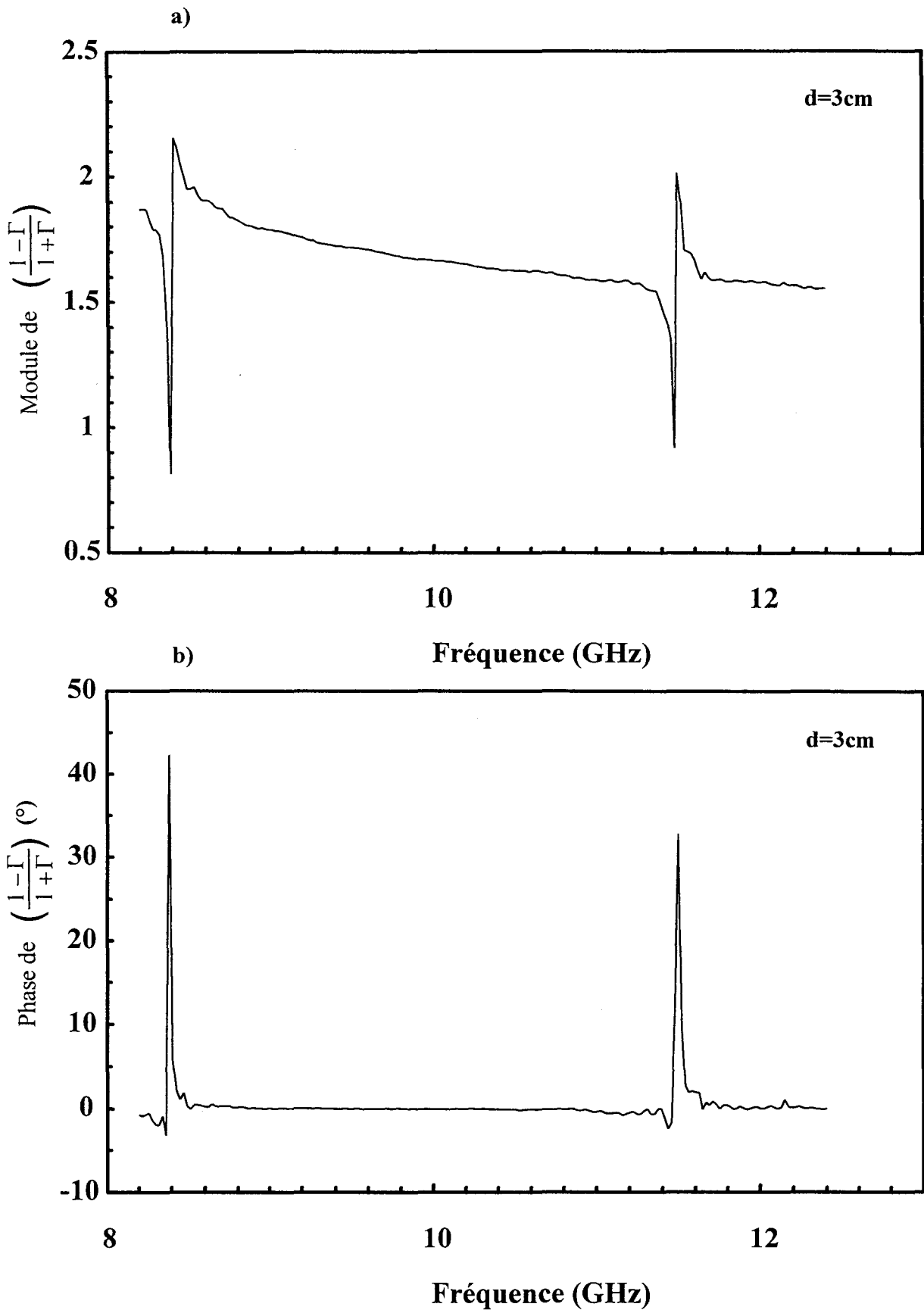


Figure II-11 : Evolution du module (a) et de la phase (b) du terme  $\left(\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma}\right)$

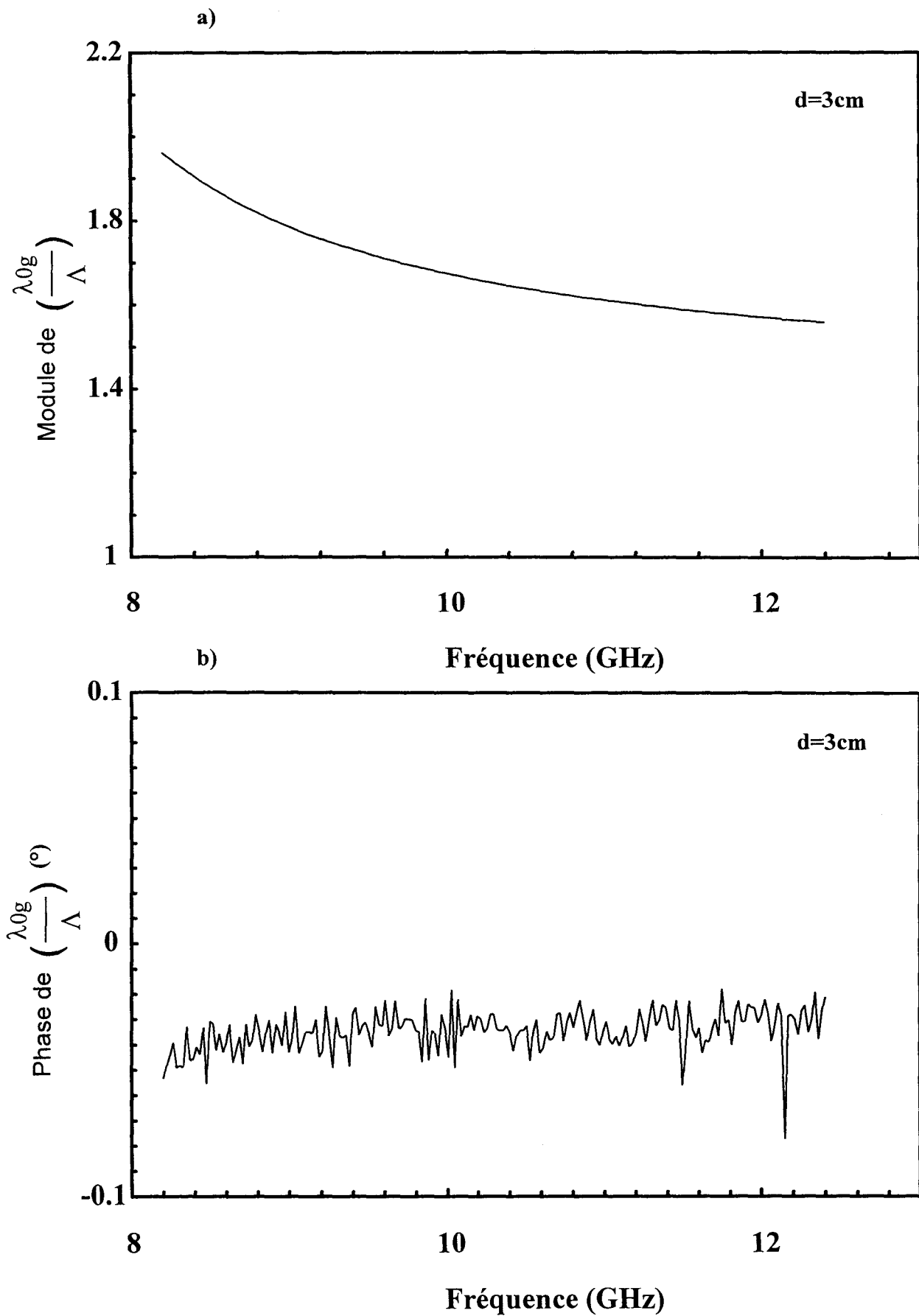


Figure II-12 : Evolution de module (a) et phase (b) du terme  $\left(\frac{\lambda_{0g}}{\Lambda}\right)$



utilisant les relations II-27 et II-28 déduites des expressions suivantes de la première réflexion  $\Gamma$  et du coefficient de transmission  $T$  :

$$\Gamma = \frac{\sqrt{\frac{\mu_{\text{eff}}^*}{\varepsilon_{\text{eff}}^*} - 1}}{\sqrt{\frac{\mu_{\text{eff}}^*}{\varepsilon_{\text{eff}}^*} + 1}} \quad (\text{II-31})$$

$$T = \exp\left(-j \frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\mu_{\text{eff}}^* \varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right) \quad (\text{II-32})$$

Les paramètres électromagnétiques ( $\varepsilon^*$ ,  $\mu^*$ ) sont déduits à partir des paramètres effectifs en utilisant les équations II-29 et II-30 obtenues à l'aide des expressions de la constante de propagation  $\gamma_1$  et l'impédance  $Z_1$  [17] :

$$\gamma_1 = \gamma_0 \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^* \mu_{\text{eff}}^*} = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{\varepsilon^* \mu^* - \left(\frac{\lambda_0}{\lambda_c}\right)^2} \quad (\text{II-33})$$

$$Z_1 = Z_0 \sqrt{\frac{\mu_{\text{eff}}^*}{\varepsilon_{\text{eff}}^*}} = \frac{j\omega\mu_0\mu^*}{\gamma_1} \quad (\text{II-34})$$

Pour la cellule coaxiale qui propage le mode TEM ( $\lambda_c \rightarrow \infty$ ), les relations II-29 et II-30 se simplifient :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_{\text{eff}}^* \quad (\text{II-35})$$

$$\mu^* = \mu_{\text{eff}}^* \quad (\text{II-36})$$

Cette nouvelle formulation présente deux avantages :

- d'une part, elle peut être étendue aux autres cellules de mesure telles que, par exemple, les lignes microrubans ou coplanaires [8][18][19], ou au guide rectangulaire propageant le mode  $\text{TM}_{01}$ , en modifiant les relations II-29 et II-30.

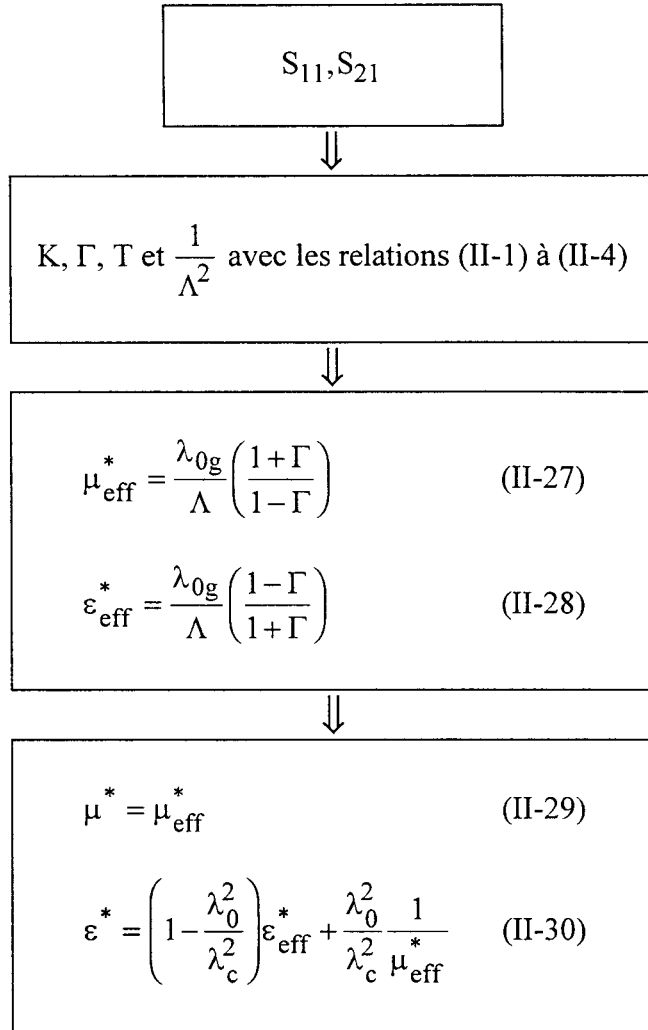


Figure II-13 : Formulation différente de la méthode NRW.

- d'autre part, les termes  $\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma}$  et  $\frac{\lambda_{0g}}{\Lambda}$  dont l'évolution fréquentielle a été décrite précédemment apparaissent dans les expressions des paramètres électromagnétiques effectifs (équations II-27 et II-28).

#### **II-4-4 Nouvelle méthode non itérative**

Dans le cas de matériaux diélectriques, à partir des relations II-27 et II-28 et en posant  $\mu^* = \mu_{\text{eff}}^* = 1$ , nous pouvons écrire deux relations pour le calcul de la permittivité complexe effective :

$$\varepsilon_{\text{eff}}^* = \frac{\varepsilon_{\text{eff}}^*}{\mu_{\text{eff}}^*} = \left( \frac{1-\Gamma}{1+\Gamma} \right)^2 \quad (\text{II-37})$$

$$\varepsilon_{\text{eff}}^* = \varepsilon_{\text{eff}}^* \mu_{\text{eff}}^* = \frac{\lambda_{0g}^2}{\Lambda^2} \quad (\text{II-38})$$

La relation II-37, ne faisant intervenir que la première réflexion, est mieux adaptée aux matériaux à fortes pertes. Cette relation correspond à la relation de Stuchly (relation II-25).

La relation II-38 non publiée dans la littérature à notre connaissance est indépendante de  $\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma}$ . Cela doit conduire à la suppression des pics d'imprécision. La figure II-14 obtenue pour l'échantillon de téflon précédent confirme ce résultat et montre l'intérêt de cette nouvelle procédure de calcul [20].

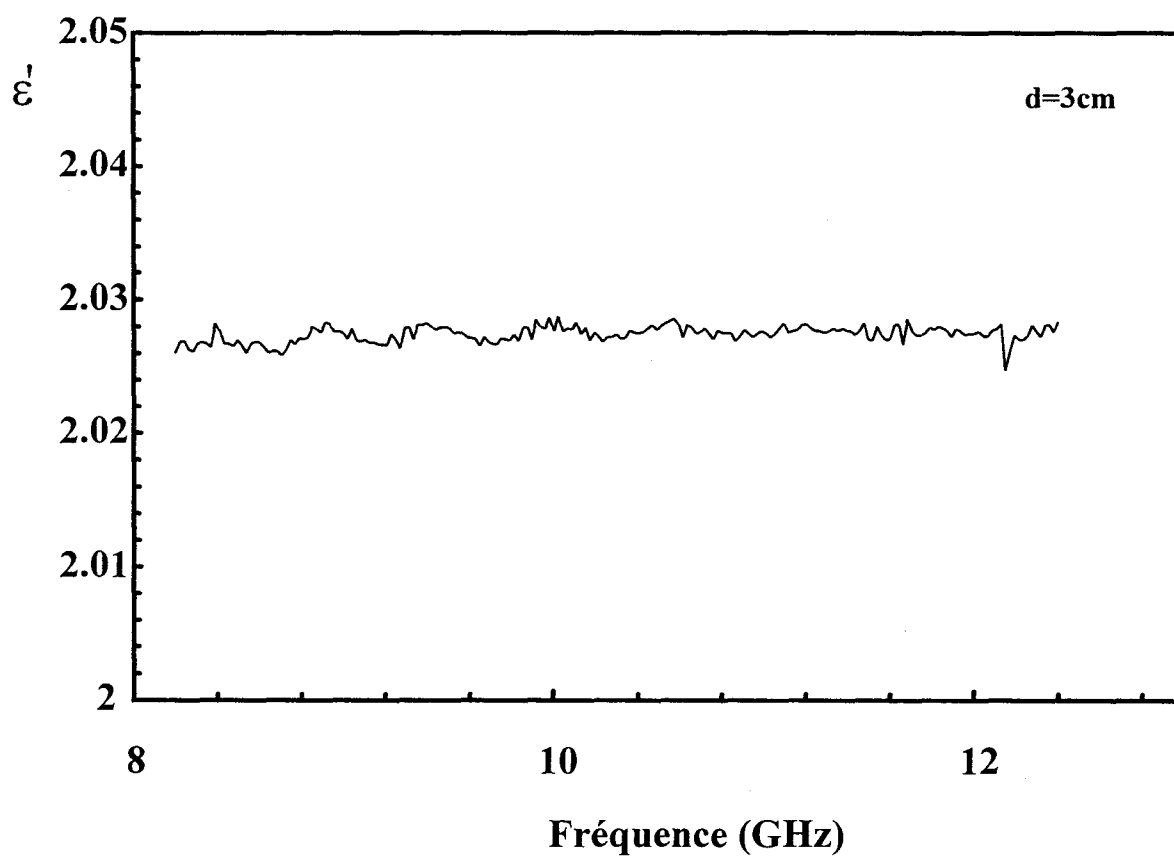


Figure II-14 : Permittivité réelle du téflon obtenue avec la méthode non itérative.

### II-4-5 Equation générale pour les matériaux diélectriques

Nous pouvons proposer une équation plus générale, applicable comme précédemment aux matériaux diélectriques :

$$\varepsilon_{\text{eff}}^* = \varepsilon_{\text{eff}}^* (\mu_{\text{eff}}^*)^n = \left( \frac{1-\Gamma}{1+\Gamma} \right)^{n-1} \left( \frac{\lambda_{0g}}{\Lambda} \right)^{n+1} \quad (\text{II-39})$$

L'exposant  $n$  est un réel positif ou négatif. Cette équation générale inclut la méthode Stuchly (relation II-25) pour laquelle  $n = -1$ , la méthode NRW ( $n = 0$ ) et la nouvelle méthode non itérative pour  $n = 1$  (relation II-38). La figure II-15 montre que l'amplitude des pics d'imprécision diminue lorsque  $n$  se rapproche de la valeur  $n = 1$  et disparaissent complètement pour cette valeur correspondant à la nouvelle méthode non itérative. Une symétrie des pics d'imprécision pour les cas correspondant à  $n = 1 + x$  et  $n = 1 - x$  est observée. Elle s'explique par l'équation II-39 dans laquelle intervient, pour ces valeurs de  $n$ , les termes  $\left( \frac{1-\Gamma}{1+\Gamma} \right)^x$  et  $\left( \frac{1-\Gamma}{1+\Gamma} \right)^{-x}$ .

### II-4-5 Etude comparative de la précision des différentes méthodes à partir de simulations

#### a) Etude de la précision de mesure (influence de $n$ )

L'étude comparative de la précision pour les différentes méthodes existantes dans la littérature et la nouvelle méthode non itérative proposée est effectuée à partir de l'équation générale en modifiant le paramètre  $n$ . Nous n'avons considéré que les erreurs les plus importantes :

- les erreurs sur les paramètres scattering mesurés (module et phase),
- l'erreur sur la longueur de l'échantillon.

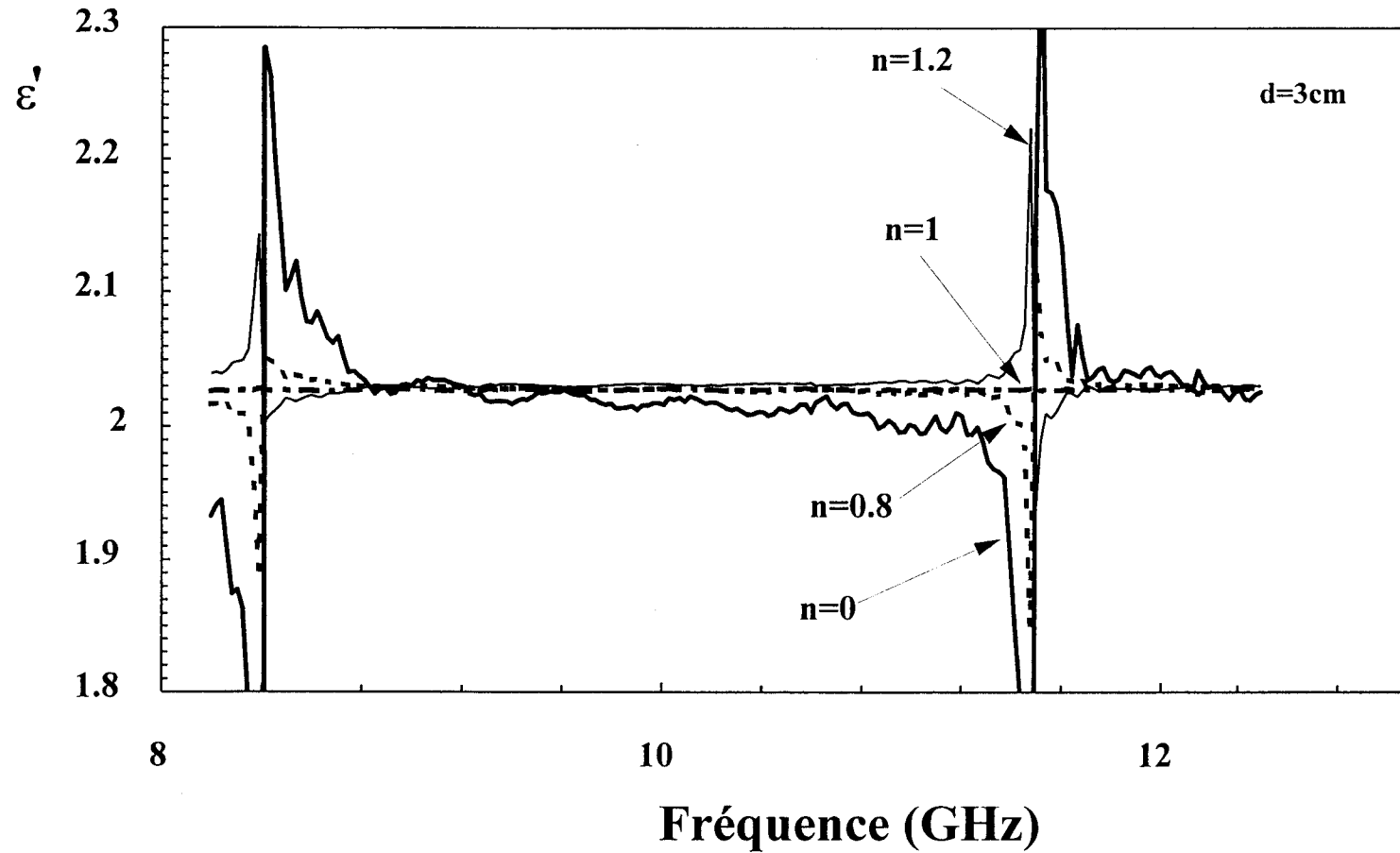


Figure II-15 : Influence du paramètre  $n$  sur la permittivité calculée du téflon (observée pour  $n=0$  et respectivement  $n=1+x$ , et  $n=1-x$  avec  $x=0.2$ )

La précision sur la permittivité relative peut être déduite à partir de la permittivité effective en utilisant l'équation II-29 :

$$\frac{\Delta \varepsilon'}{\varepsilon'} = \left(1 - \frac{\lambda_0^2}{\lambda_c^2}\right) \frac{\Delta \varepsilon'_{\text{eff}}}{\varepsilon'} \quad (\text{II-40})$$

$$\frac{\Delta \varepsilon''}{\varepsilon''} = \left(1 - \frac{\lambda_0^2}{\lambda_c^2}\right) \frac{\Delta \varepsilon''_{\text{eff}}}{\varepsilon''} \quad (\text{II-41})$$

Pour calculer les précisions sur la permittivité effective, les relations suivantes sont utilisées :

$$\Delta \varepsilon'_{\text{eff}} = \sqrt{\left(\frac{\partial \varepsilon'_{\text{eff}}}{\partial |S_\alpha|} \Delta |S_\alpha|\right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon'_{\text{eff}}}{\partial \theta_\alpha} \Delta \theta_\alpha\right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon'_{\text{eff}}}{\partial d} \Delta d\right)^2} \quad (\text{II-42})$$

$$\Delta \varepsilon''_{\text{eff}} = \sqrt{\left(\frac{\partial \varepsilon''_{\text{eff}}}{\partial |S_\alpha|} \Delta |S_\alpha|\right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon''_{\text{eff}}}{\partial \theta_\alpha} \Delta \theta_\alpha\right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon''_{\text{eff}}}{\partial d} \Delta d\right)^2} \quad (\text{II-43})$$

où  $\alpha = 11$  et  $21$  ;  $\Delta |S_\alpha|$ ,  $\Delta \theta_\alpha$  et  $\Delta d$  sont respectivement les incertitudes sur l'amplitude, la phase des paramètres scattering et la longueur de l'échantillon. Les incertitudes  $\Delta |S_\alpha|$  et  $\Delta \theta_\alpha$  sont celles données par le constructeur [4][5]. Les erreurs suivantes n'ont pas été prises en compte :

- les erreurs dues à la précision et pertes de la ligne utilisée, aux positions des plans de référence de la mesure, qui sont généralement plus faibles que celles introduites par l'analyseur de réseaux [21] et peuvent être réduites en utilisant des lignes de précision et en choisissant directement les plans de références dans les plans de l'échantillon sous test.

- les erreurs dues aux lames d'air "gaps" entre l'échantillon et la cellule, lesquelles peuvent être corrigées en utilisant les formules données dans la littérature [22]-[24] ou en métallisant les échantillons avec une laque conductrice à condition que celle-ci n'affecte pas l'échantillon [8].

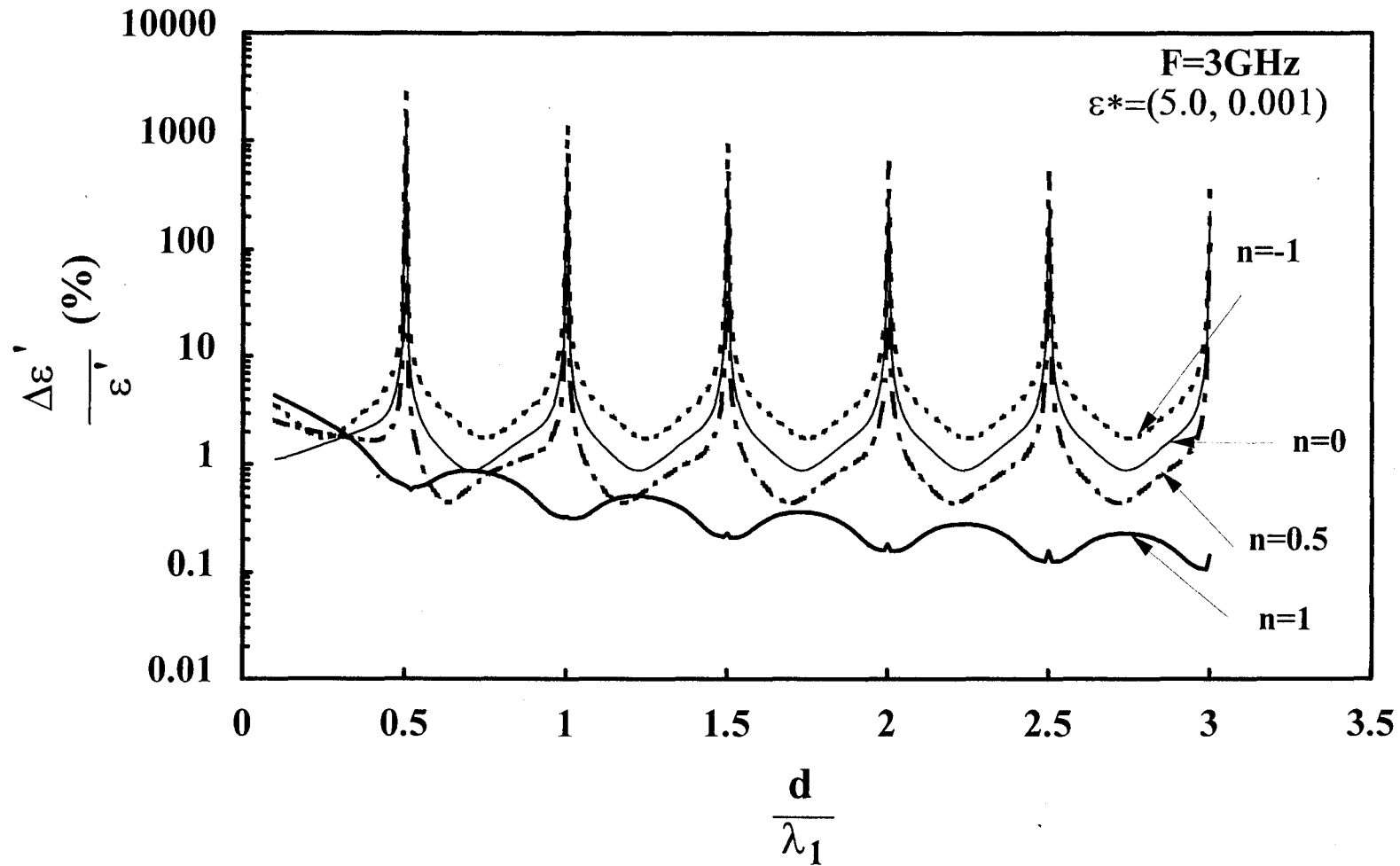


Figure II-16 : Précision sur la permittivité réelle obtenue pour un matériau faibles pertes en fonction de la longueur normalisée et influence du paramètre n.



Les dérivées partielles figurant dans les expressions II-42 et II-43 sont calculées à partir des relations suivantes :

$$\frac{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*}{\partial |S_{\alpha}|} = \left( \frac{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*}{\partial \Gamma} \frac{\partial \Gamma}{\partial S_{\alpha}} + \frac{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial S_{\alpha}} \right) \exp(j\theta_{\alpha}) \quad (\text{II-44})$$

$$\frac{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*}{\partial \theta_{\alpha}} = j |S_{\alpha}| \frac{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*}{\partial |S_{\alpha}|} \quad (\text{II-45})$$

$$\frac{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*}{\partial d} = \frac{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial d} \quad (\text{II-46})$$

En utilisant les équations II-1 à II-3 :

$$\frac{\partial \Gamma}{\partial S_{11}} = \left( 1 \pm \frac{K}{\sqrt{K^2 - 1}} \right) \left( \frac{2S_{11}^2 - 2S_{21}^2 + 1}{2S_{11}^2} \right) \quad (\text{II-47})$$

$$\frac{\partial \Gamma}{\partial S_{21}} = \left( 1 \pm \frac{K}{\sqrt{K^2 - 1}} \right) \left( -\frac{S_{21}}{S_{11}} \right) \quad (\text{II-48})$$

$$\frac{\partial T}{\partial S_{\alpha}} = \frac{1 - \Gamma^2 + \frac{\partial \Gamma}{\partial S_{\alpha}} ((S_{11} + S_{21})^2 - 1)}{(1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma)^2} \quad (\text{II-49})$$

et l'équation générale II-39 :

$$\frac{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*}{\partial \Gamma} = (1 - n) \left( \frac{j \text{Ln}(T)}{2\pi d} \lambda_{0g} \right)^{(1+n)} \left( \frac{1 - \Gamma}{1 + \Gamma} \right)^{(-n)} \quad (\text{II-50})$$

$$\frac{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*}{\partial T} = (1 + n) \left( \frac{j \text{Ln}(T)}{2\pi d} \lambda_{0g} \right)^{(n)} \left( \frac{1 - \Gamma}{1 + \Gamma} \right)^{(1-n)} \left( \frac{j}{2\pi d} \frac{\lambda_{0g}}{T} \right) \quad (\text{II-51})$$

A titre d'exemple, sur la figure II-16, nous montrons l'influence du paramètre  $n$  sur la précision de la permittivité dans le cas d'un matériau à faibles pertes ( $\varepsilon^* = (5.0, 0.001)$ ) en ligne coaxiale. La précision totale sur  $\varepsilon'$  est présentée en fonction de la longueur normalisée de l'échantillon à la fréquence 3 GHz. La meilleure précision est obtenue avec la nouvelle

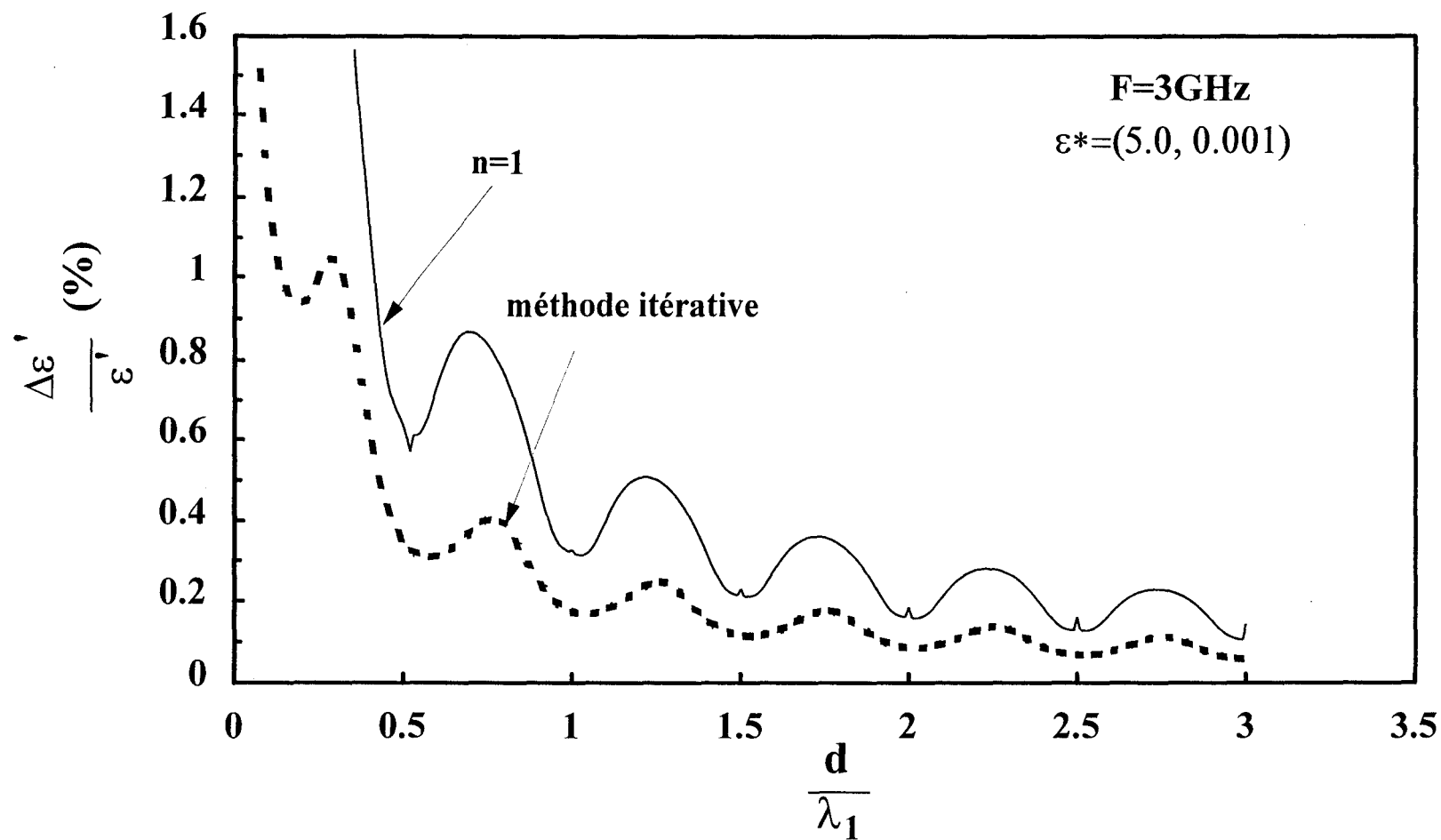


Figure II-17 : Comparaison de la précision sur la permittivité réelle obtenue pour la méthode non itérative et la méthode itérative de Baker-Jarvis pour un matériau faibles pertes en fonction de la longueur normalisée.

méthode non itérative ( $n=1$ ). Ce résultat peut être expliqué par l'influence du paramètre  $n$  dans les équations II-50 et II-51 : pour  $n=1$ ,  $\frac{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*}{\partial \Gamma} = 0$ .

### **b) Comparaison de la précision de mesure avec la méthode itérative**

Il est également possible de comparer les précisions obtenues par la méthode itérative de Baker-Jarvis et *al.* et par la nouvelle méthode non itérative. Pour la méthode itérative, nous avons calculé la précision en utilisant les expressions données par les auteurs [12] et rappelées en annexe 3. Les relations A3-1 à A3-8 (cf. annexe 3) nous permettent donc d'obtenir à partir des incertitudes sur le paramètre  $S_{21}$  la précision sur les parties réelle et imaginaire de  $\varepsilon^*$ . Les résultats sont donnés sur les figures II-17 et II-18 pour différentes pertes de façon à distinguer le cas d'un matériau sans pertes ( $\varepsilon^* = (5.0, 0.001)$ ) avec celui d'un matériau à pertes ( $\varepsilon^* = (5.0, 2.0)$ ). Sur ces figures les précisions sur  $\varepsilon'$  et  $\varepsilon''$  sont reportées en fonction de la longueur d'onde normalisée de l'échantillon pour la fréquence de 3 GHz.

Nous constatons figure II-17 que pour les deux méthodes, l'incertitude relative est minimale pour des longueurs d'échantillons égales à un multiple entier de la demi longueur d'onde dans le matériau. Nous constatons également une diminution de l'incertitude en fonction de l'augmentation de la longueur de l'échantillon et finalement nous concluons que les précisions sur la permittivité sont similaires pour ces deux méthodes.

## **II-5 Validation expérimentale**

Dans ce paragraphe, nous validons les techniques expérimentales et montrons l'intérêt de la nouvelle méthode non itérative en caractérisant différents matériaux étalons. Nous étudions également l'influence des interstices d'air et des modes supérieurs sur les grandeurs mesurées à partir de matériaux à forte permittivité.

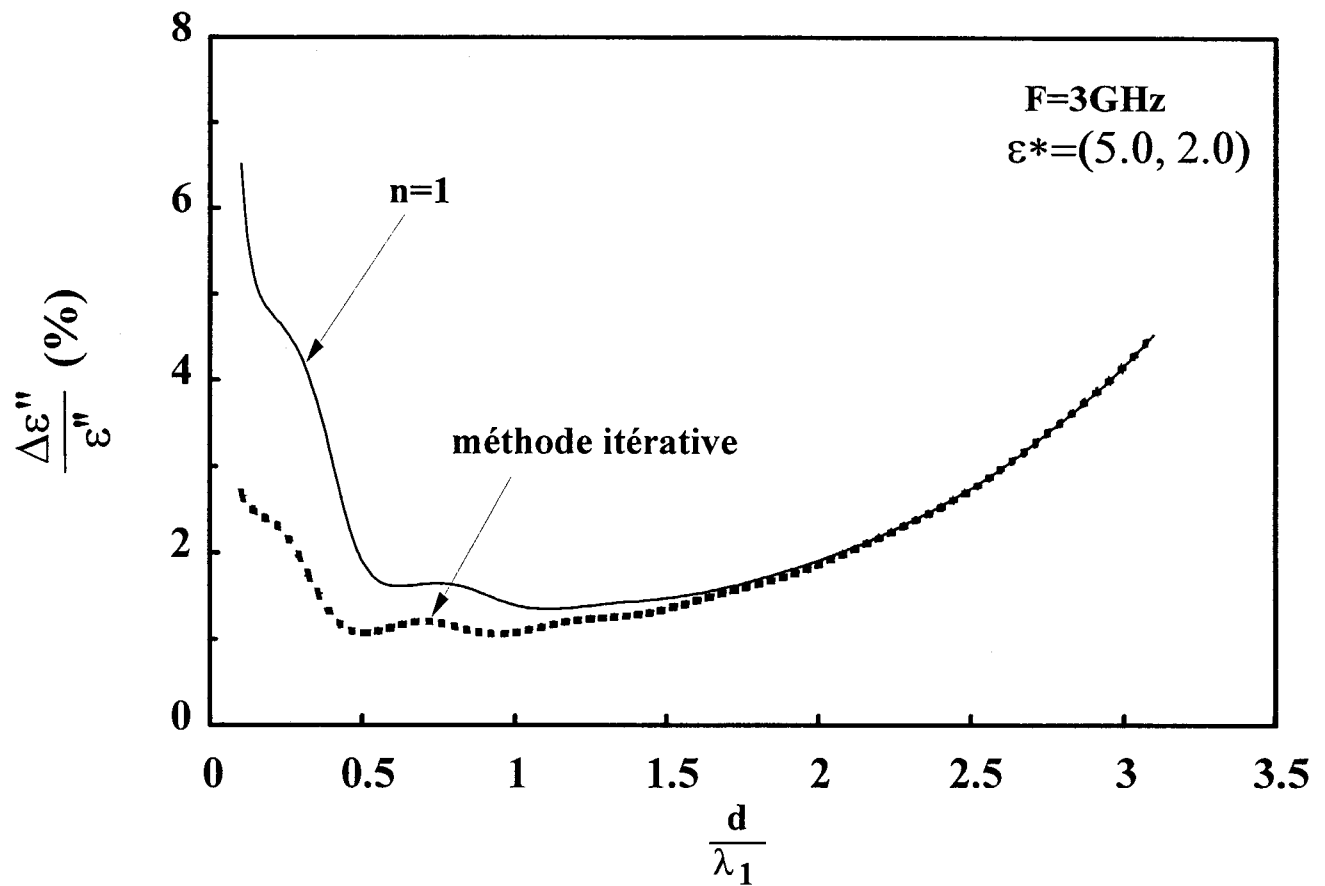
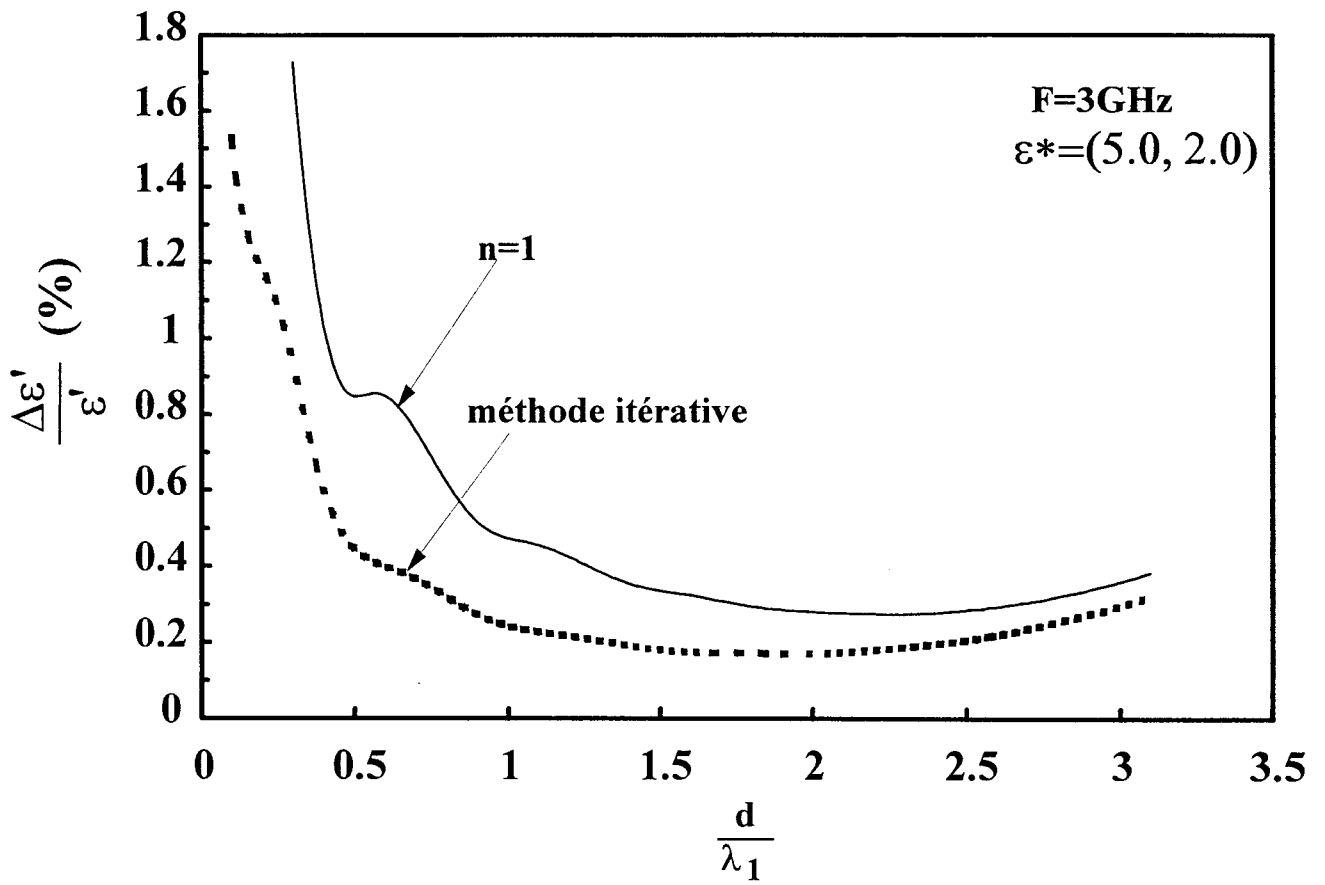


Figure II-18 : Comparaison des précisions sur la permittivité complexe obtenues par la méthode non itérative et la méthode itérative pour un matériau à pertes.

### **II-5-1 Validation à l'aide de matériaux étalons**

#### **a) Caractérisation de matériaux diélectriques à faibles pertes**

Nous avons étudié le téflon dont la permittivité est bien connue ( $\epsilon' = 2.04$  [13]) ainsi que des matériaux commerciaux de la société Emerson et Cuming. Il s'agit de matériaux de type céramique "K9" et "K25". Le constructeur annonce pour ces matériaux des permittivités respectivement de  $\epsilon' = 9 \pm 3\%$  et  $\epsilon' = 25 \pm 3\%$  et un facteur de pertes inférieur à  $2 \cdot 10^{-3}$  (respectivement  $\epsilon'' \leq 0.018$  et  $\epsilon'' \leq 0.05$ ) dans la gamme de fréquences 1 - 10 GHz. Ces valeurs de permittivités sont néanmoins données à titre indicatif et l'on observe une dispersion de  $\pm 20\%$  d'un barreau à l'autre.

Les matériaux étant des diélectriques à faibles pertes, la méthode de NRW conduit à de nombreux pics d'imprécision. La permittivité complexe a donc été calculée à l'aide de la nouvelle méthode non itérative décrite précédemment. Dans le cas de la cellule coaxiale, pour éviter les problèmes liés aux interstices d'air avec le conducteur intérieur, les échantillons sont métallisés à l'aide d'une laque d'argent.

Les résultats obtenus avec la cellule coaxiale (50 MHz - 18 GHz) et avec les cellules guide d'onde rectangulaire (8.2 - 40 GHz) sont donnés sur les figures II-19 à II-21. Ces résultats sont satisfaisants :

- nous observons un bon recoupement des permittivités réelles et imaginaires obtenues avec les différentes cellules.

- pour le téflon, nous retrouvons la permittivité réelle annoncée dans la littérature avec un écart inférieur à 2 %.

- les résultats des matériaux K9 et K25 sont en accord avec les données constructeur aussi bien pour la permittivité réelle (écart inférieur à 5 %) que pour le facteur de pertes.

#### **c) Caractérisation d'un matériau magnétique**

Nous avons également caractérisé un matériau magnétique commercial (société IMO Instrumentation Micro-Onde). Sur la figure II-22, nous comparons les résultats obtenus avec

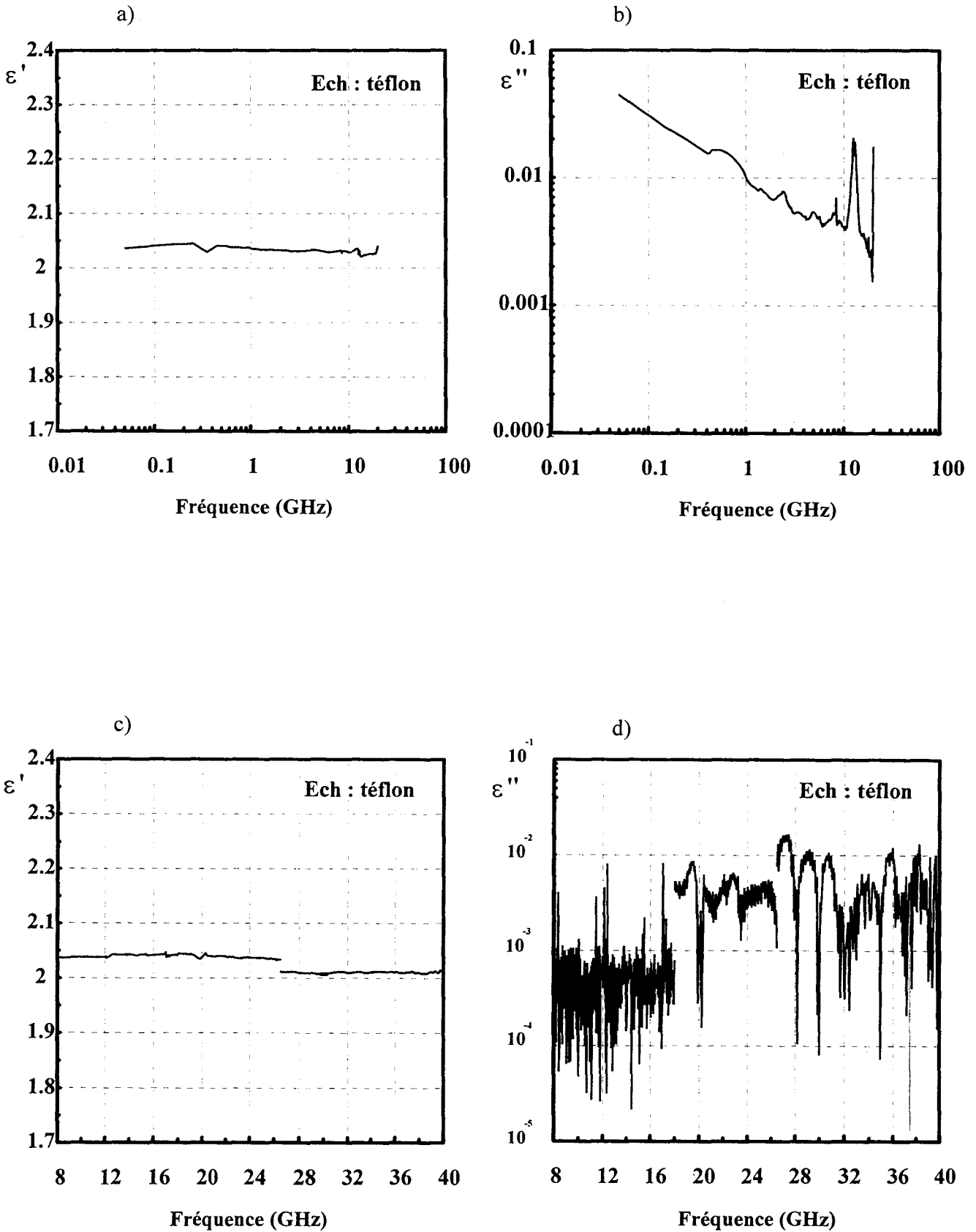


Figure II-19 : Mesure du téflon en cellule coaxiale 0.1 - 18 GHz (a) et (b).  
 Résultats des cellules guide d'ondes rectangulaire 8.2 - 40 GHz (c) et (d).

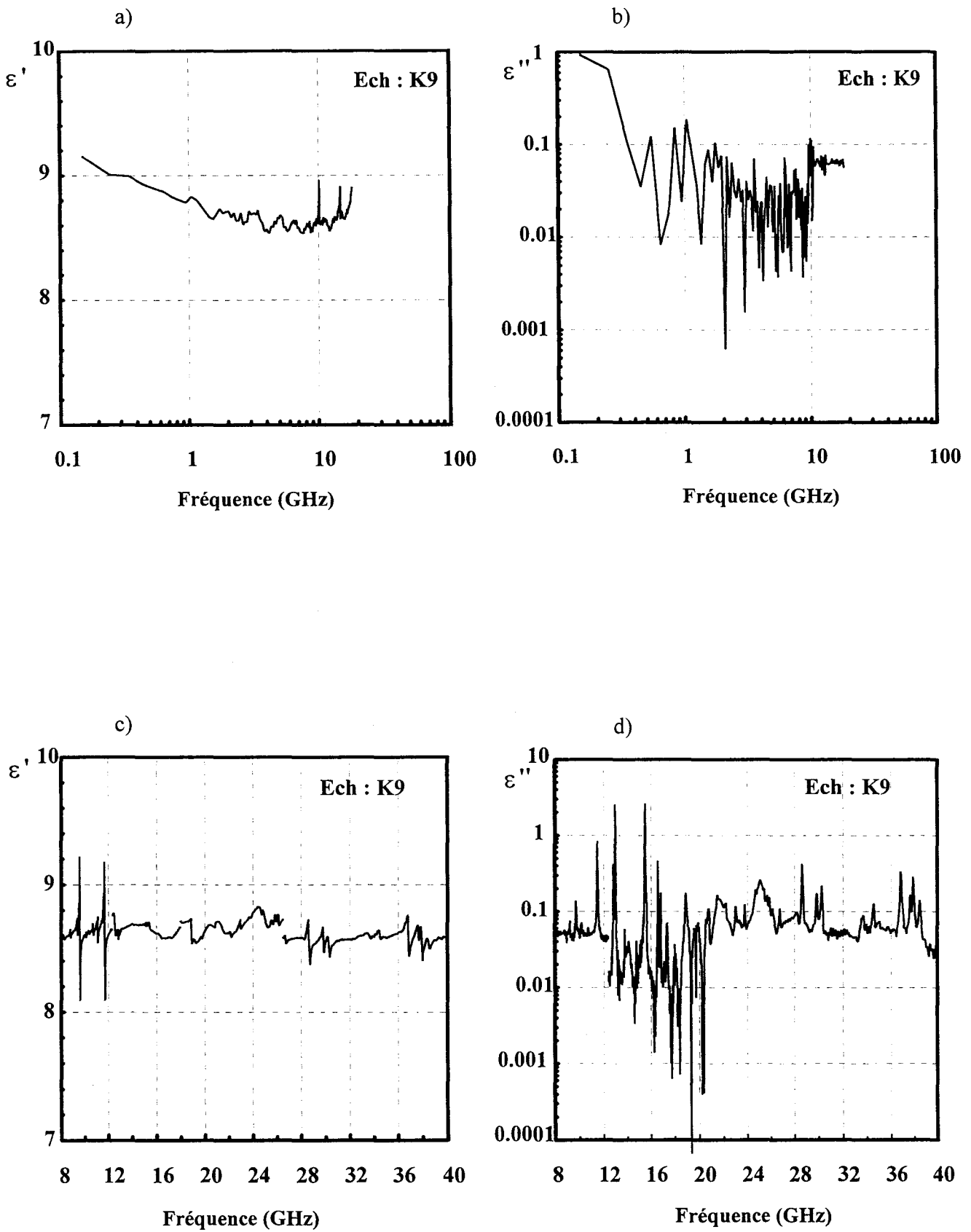


Figure II-20 : Mesure du matériau K9 en cellule coaxiale 0.1 - 18 GHz (a) et (b).  
 Résultats des cellules guide d'ondes rectangulaire 8.2 - 40 GHz (c) et (d).

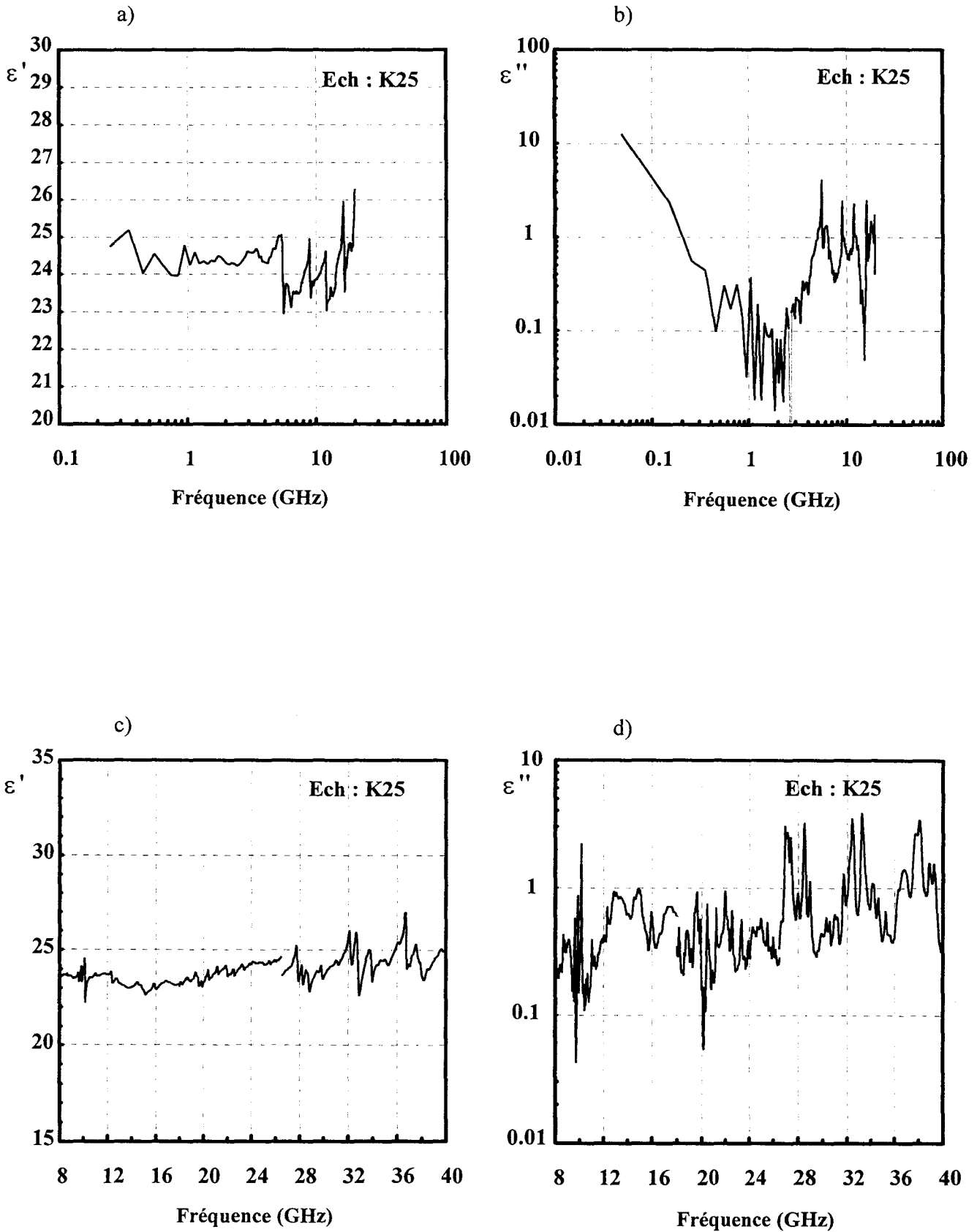


Figure II-21 : Mesure du matériau K25 en cellule coaxiale 0.1 - 18 GHz (a) et (b).  
 Résultats des cellules guide d'ondes rectangulaire 8.2 - 40 GHz (c) et (d).



les données du constructeur. Nous constatons un bon recoupement des paramètres électromagnétiques obtenus avec les différentes cellules. Des écarts sont observés avec les données du constructeur. Par contre, les évolutions obtenues en fonction de la fréquence sont similaires. Ces écarts sont probablement dus au problème lié à la reproductibilité de fabrication du matériau. En effet, celui-ci est constitué d'un mélange de sphères magnétiques (Carbonyl de diamètre 5  $\mu\text{m}$  environ dispersées dans une matrice).

### II-5-2 Influence des interstices d'air et des modes supérieurs

Pour mettre en évidence l'effet des interstices d'air et des modes supérieurs dans la cellule coaxiale, nous avons caractérisé trois échantillons (cf. tableau II-1) fournis par le National Institute of Standards and Technology de Boulder aux Etats Unis (N.I.S.T).

Matériau(*)	kit(*)	d (mm)	$\phi_{\text{int}} - \phi_{\text{ext}}$ (mm)	Composition	$\epsilon'$	$\epsilon''$
1	1	11.86	3.0633 - 6.9867	Alumine très pure	9.97	0.00039
4	1	19.72	3.0491 - 6.9886	Titanate de Magnésium (Céramique)	16.05	0.0014
5	3	25.532	3.0548 - 6.9875	Titanate de Barium (Céramique)	50.0	0.020

Tableau II-1 : Caractéristiques des échantillons utilisés pour l'intercomparaison.

Afin de pouvoir corriger les effets des interstices d'air, les dimensions des échantillons ont été mesurées précisément par des méthodes optiques. Les permittivités données dans le tableau II-1 ont été obtenues à une fréquence de 10 GHz par une méthode de cavité résonante. Les résultats sont donnés figures II-23 à II-25. Nous avons également reporté les résultats d'autres laboratoires ayant participé à une campagne d'intercomparaison organisée par le NIST [25]. Les techniques utilisées sont les mêmes (cellule coaxiale quadripôle) mais les méthodes de calcul de la permittivité peuvent être différentes. La correction des interstices d'air est

(\*) les références des matériaux sont celles de la référence [25].

légende:    - - - - - mesure en coaxiale - 0.1 à 18 GHz  
           — — — — — mesure en guide d'onde rectangulaire: 8.2 - 40 GHz  
           - - - - - données de la société "IMO" - 0.1 à 18 GHz

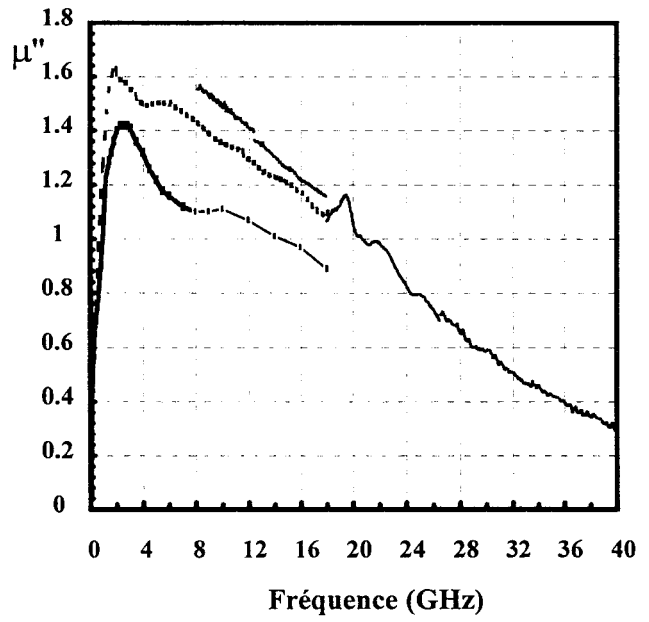
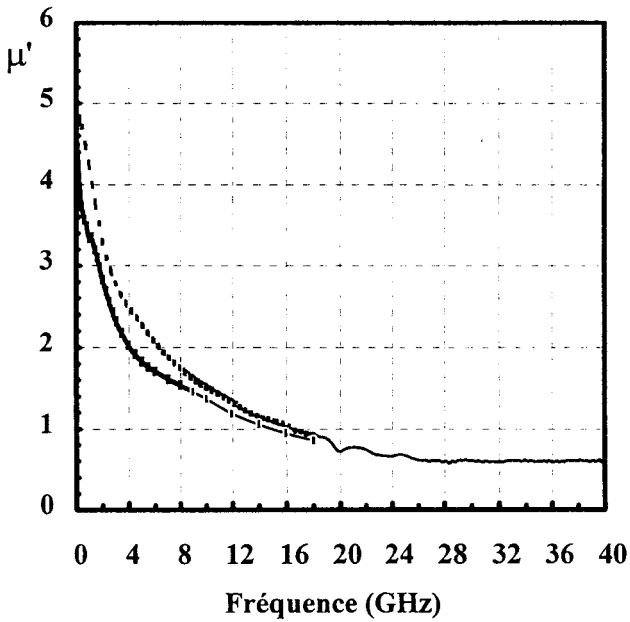
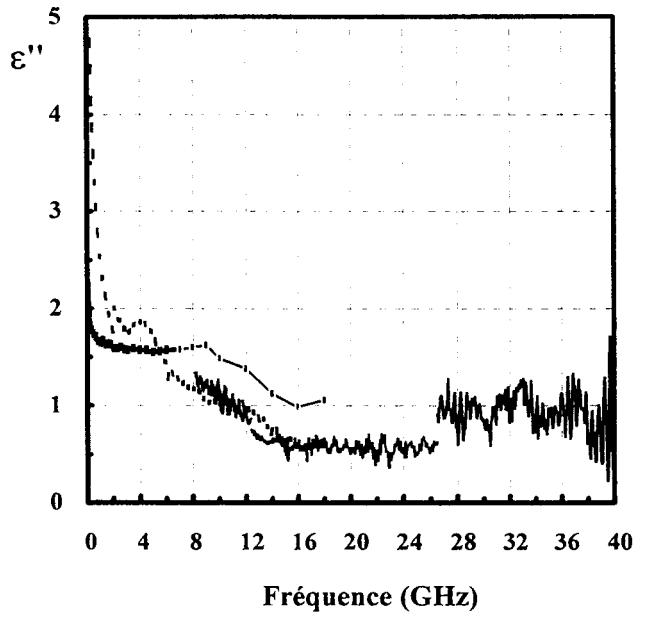
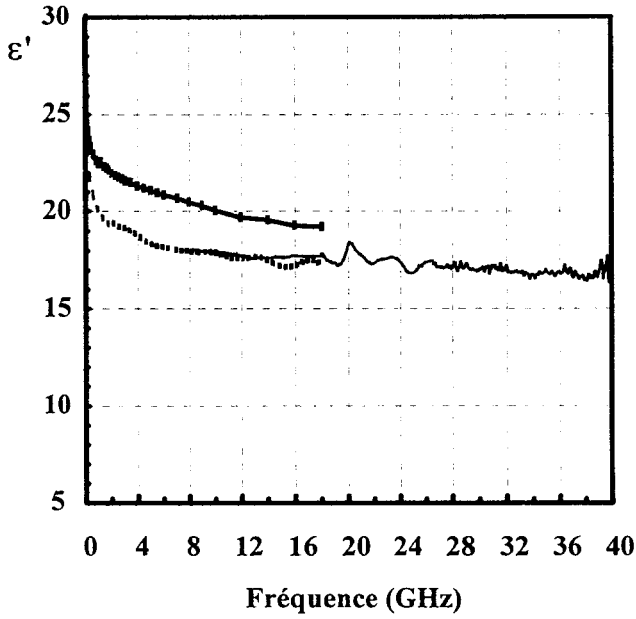
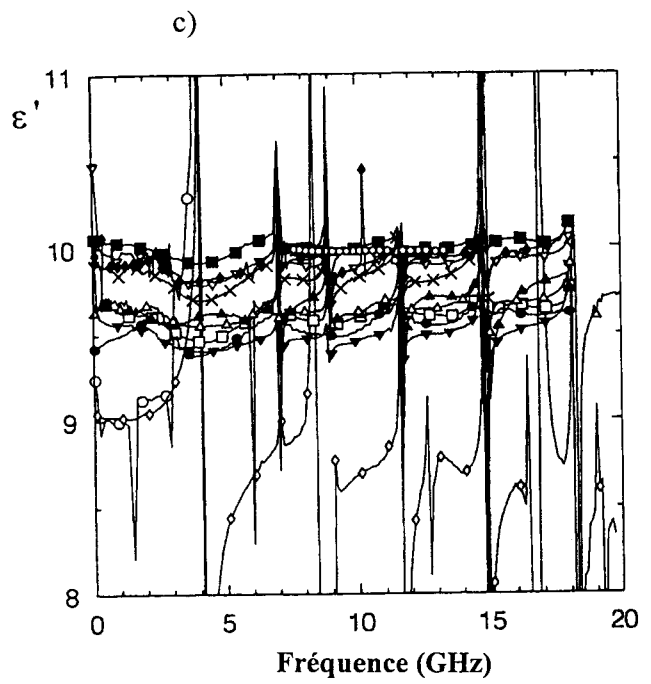
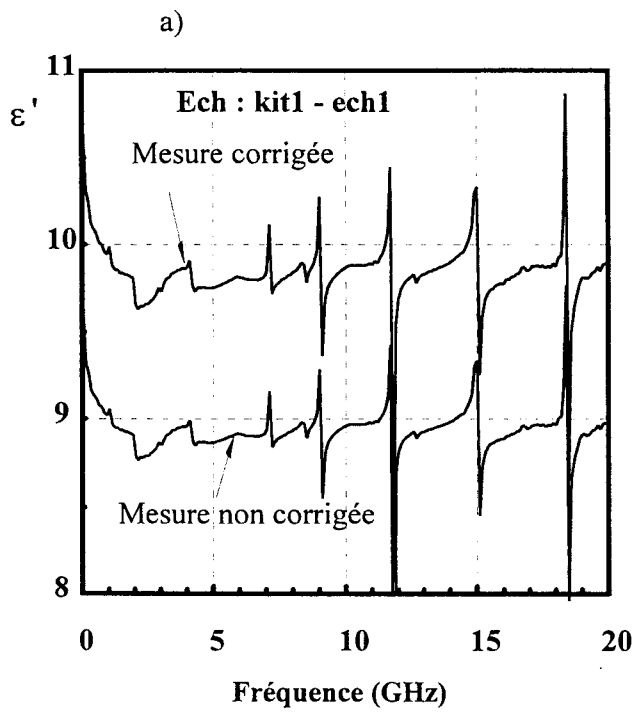


Figure II-22: Mesure de l'IMOSORB 10502 (matériau magnétique).



légende :

oooooo mesure en cavité

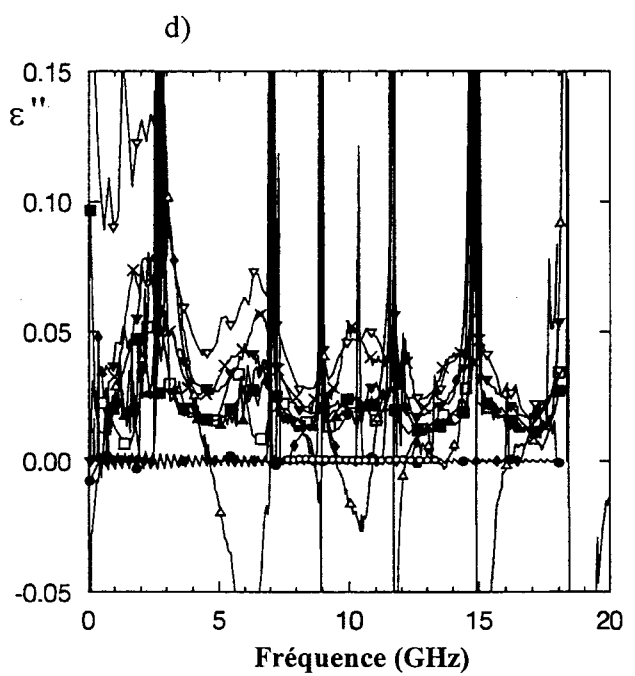
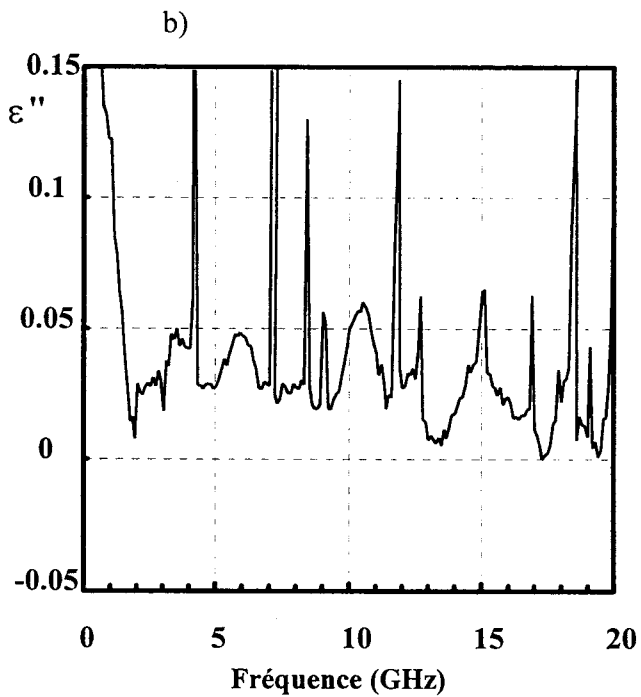


Figure II-23 : Comparaison de la permittivité du matériau 1 caractérisé à l'IEMN (a et b) et dans d'autres laboratoires (c et d).

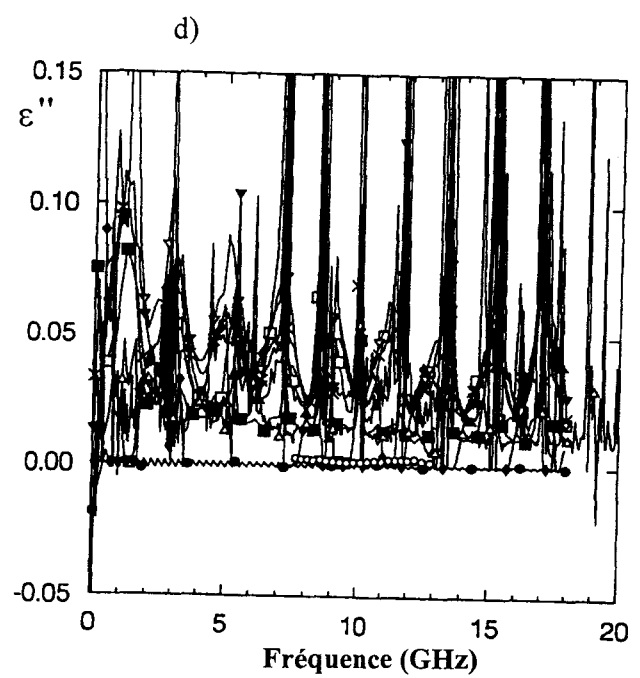
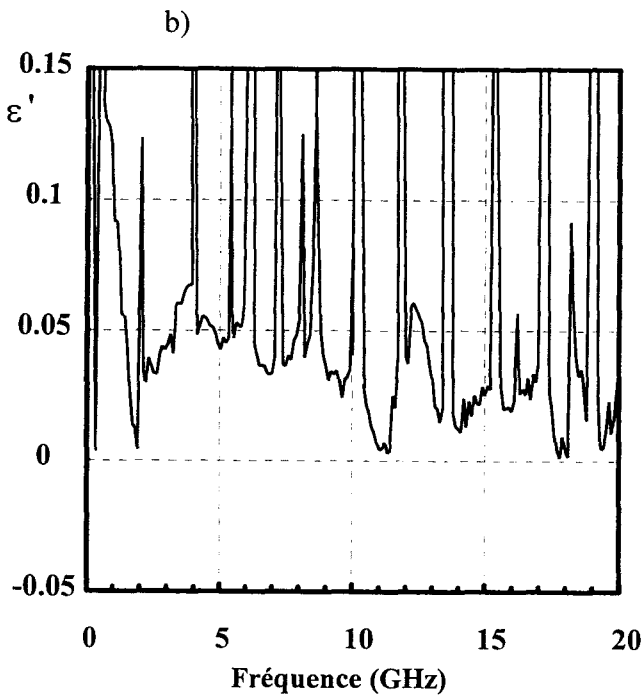
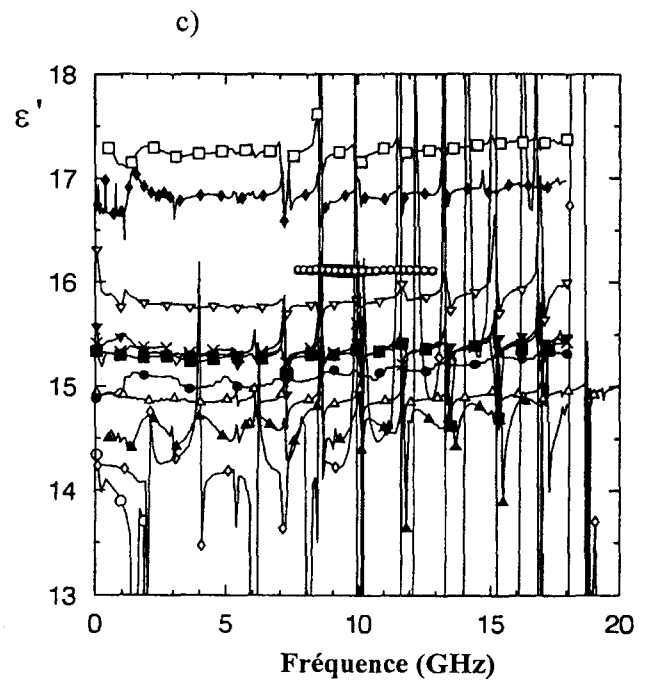
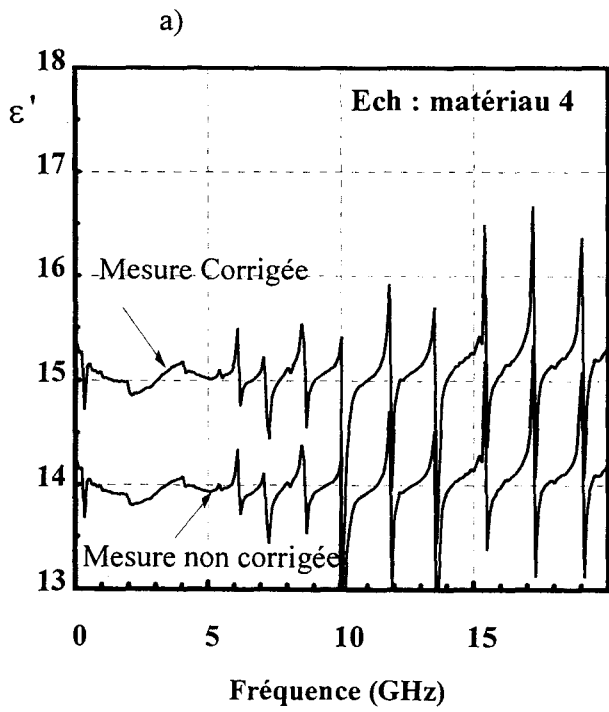


Figure II-24 : Comparaison de la permittivité du matériau 4 caractérisé à l'IEMN (a et b) et dans d'autres laboratoires (c et d).

effectuée à l'aide d'un modèle déjà proposé dans la littérature [22]-[24]. Ce modèle considère trois condensateurs en série (figure II-26) et la permittivité corrigée s'obtient à l'aide de la relation suivante :

$$\varepsilon'_c = \frac{\varepsilon'_m \ln\left(\frac{b'}{a'}\right)}{\ln\left(\frac{b}{a}\right) + \varepsilon'_m \left[ \ln\left(\frac{a'}{a}\right) + \ln\left(\frac{b}{b'}\right) \right]} \quad (\text{II-52})$$

Les variations de permittivité avant et après correction dépendent de l'importance de l'interstice d'air et la permittivité du matériau. Elles sont de l'ordre de 5 à 10 % pour les matériaux 1 et 4 et très importantes pour le matériau 5. Les permittivités corrigées sont en accord avec celles obtenues par les autres laboratoires. Les courbes de permittivités réelle et imaginaire font apparaître des pics en fonction de la fréquence. Ces pics sont attribués aux modes supérieurs se propageant dans l'échantillon. En effet, la fréquence de coupure du premier mode supérieur ( $TE_{11}$ ) susceptible de se propager dans la cellule vide est donnée par la relation :

$$f_{cTE_{11}} = \frac{3.10^{11}}{\pi \times (a + b)} \quad (\text{II-53})$$

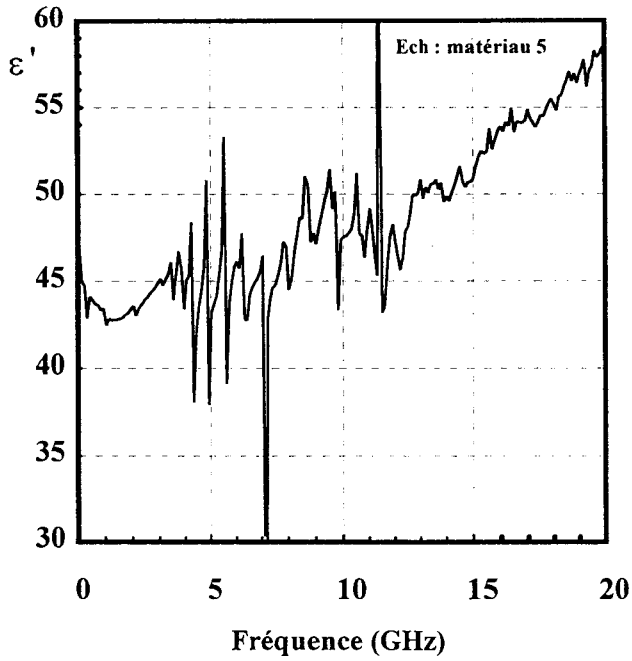
où a et b désignent les dimensions géométriques de la cellule en millimètres (cf. figure II-26).

Dans le cas de la cellule APC7, cette fréquence est de 18 GHz.

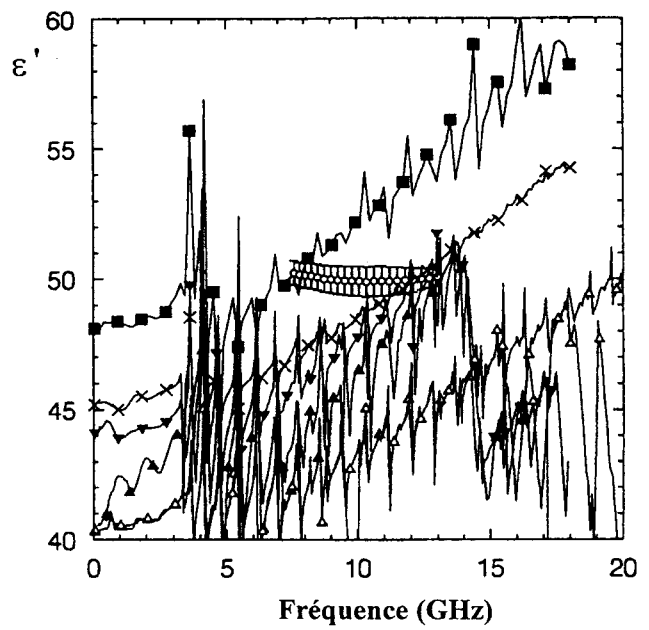
Si la ligne est remplie d'un matériau ( $\varepsilon^*$ ,  $\mu^*$ ), les fréquences de coupures de chaque mode supérieur sont modifiées selon la relation :

$$f'_{cTE_{mn}} = \frac{f_{cTE_{mn}}}{\sqrt{|\varepsilon^* \mu^*|}} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} m = 0, 1, 2, \dots \\ n = 0, 1, 2, \dots \end{cases} \quad \text{et } m=n \neq 0 \quad (\text{II-54})$$

a)



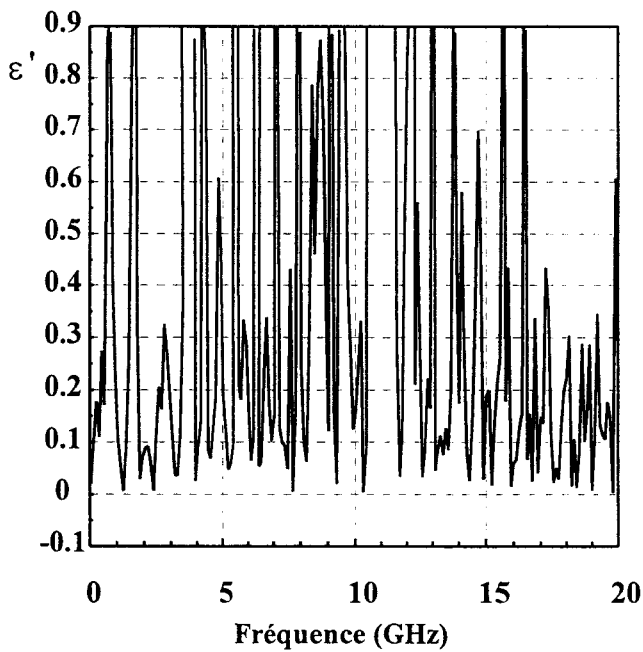
c)



légende :

○○○○○○ mesure en cavité

c)



d)

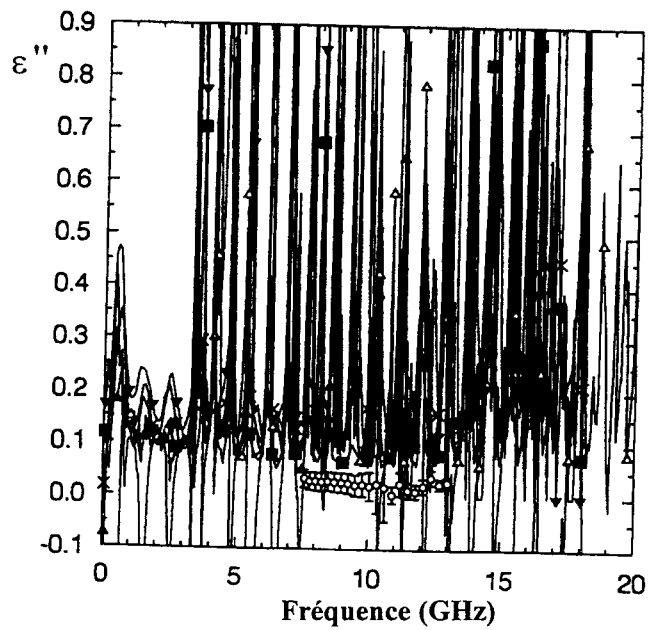


Figure II-25 : Comparaison de la permittivité du matériau 5 caractérisé à l'IEMN (a et b) et dans d'autres laboratoires (c et d).

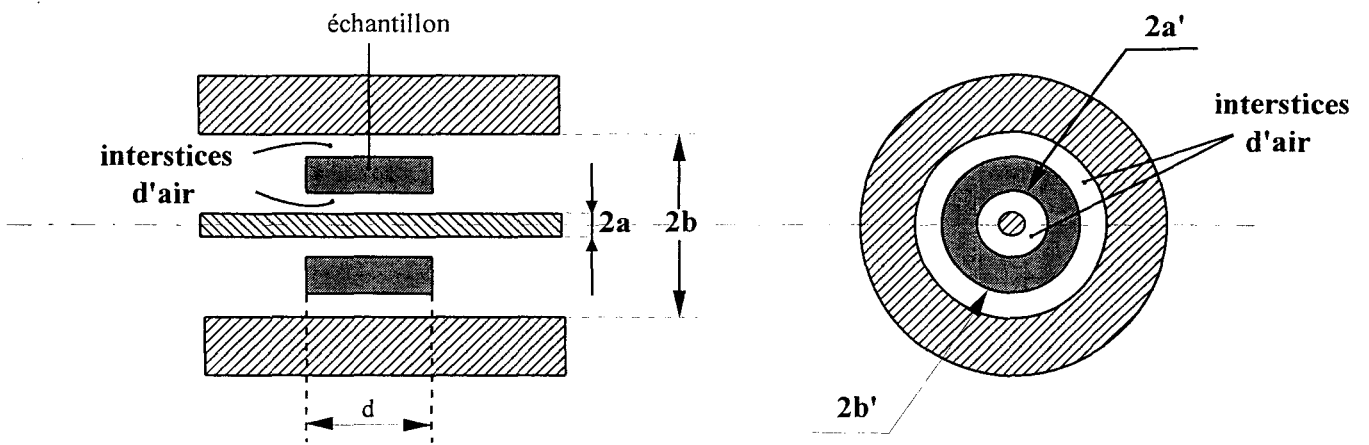


Figure II-26 : Configuration de la cellule coaxiale avec présence de lames d'air entre conducteurs et échantillon.

La propagation de ces modes est favorisée par la présence d'interstices d'air qui rend la section droite de la cellule coaxiale inhomogène. Les pics observés pour les permittivités apparaissent aux fréquences de résonance des modes supérieurs. Ils sont plus nombreux lorsque la permittivité de l'échantillon et sa longueur augmentent. Pour le matériau 5 (figure II-25), les modes supérieurs modifient l'évolution de la permittivité qui devient incohérente et augmente avec la fréquence.



# **BIBLIOGRAPHIE**

## **Chapitre II**

- [1] A.M. NICOLSON, G. ROSS:  
" Measurement of intrinsic properties of materials by time domain techniques "  
IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 19, November 1970, pp 377 - 382.
- [2] W. B. WEIR:  
" Automatic measurement of complex dielectric constant and permeability at  
microwave frequencies "  
Proc IEEE, vol. 62, January 1974, pp 33 - 36.
- [3] HEWLETT PACKARD:  
" Measuring the dielectric constant of solids with the HP 8510 network analyzer "  
Product Note 8510-3.
- [4] B. DONECKER:  
" Accuracy predictions for new generation network analyzer "  
Microwave Journal, June 1984, pp 127 - 141.
- [5] " Spécifications des performances du système analyseur de réseau HP 8510 "  
Notice technique Hewlett Packard.
- [6] G.F. ENGLER, C.A. HOER:  
" Thru - Reflect - Line: An improved technique for calibrating the dual six-port  
automatic network analyzer "  
IEEE MTT-27, n° 12, December 1979, pp 987 - 993.
- [7] G. DAMBRINE:  
" Caractérisation des transistors à effet de champ : mesure précise de la matrice  
de répartition et détermination directe du schéma équivalent "  
Thèse d'Université, Lille, le 3 Mars 1989.

- [8] J. HINOJOSA:  
" Contribution à la caractérisation de matériaux à partir de lignes plaquées -  
Application à l'étude de nouveaux matériaux "  
Thèse d'Université, Lille, Mai 1995.
- [9] G. FRANCESCHETTI:  
" A complete analysis of the reflection and transmission methods for measuring the  
complex permeability and permittivity of materials at microwave "  
Alta Frequenza., vol. XXXVI, no. 8, 1967, pp 757 - 764.
- [10] S. STUCHLY, M. MATUSZEWSKI:  
" A combined total reflection transmission method in application to dielectric  
spectroscopy "  
IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 27, September 1978, pp 285 - 288.
- [11] L. P. LIGTHART:  
" A fast computational technique for accurate permittivity determination using  
transmission line methods "  
IEEE MTT, vol. 31, n°3, Mars 1983, pp 249 - 254.
- [12] J. BAKER-JARVIS, E. J. VANZURA, W. A. KISSICK:  
" Improved technique for determining complex permittivity with the  
Transmission / Reflection method "  
IEEE MTT, vol. 38, n°8, August 1990, pp 1096-1103.
- [13] A. R. VON HIPPEL:  
"Les diélectriques et leurs applications"  
DUNOD, 1961.

- [14] T. LASRI:  
" Conception et expérimentation d'un capteur micro-onde destiné à la mesure d'humidité "  
Thèse d'Université, Lille, Février 1992.
- [15] H. B. SEQUEIRA:  
" Extracting  $\mu_r^*$  and  $\epsilon_r^*$  of solids from one-port phasor network analyser measurements "  
IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 39, n°4, August 1990, pp - .
- [16] J. NESS:  
" Broad-Band permittivity measurements using the semi-automatic network analyser "  
IEEE MTT, vol. 33, n°11, November 1985, pp 1222 - 1226.
- [17] R. A. PUCCEL, D. J. MASSE:  
" Microstrip propagation on magnetic substrates - Part I : Design Theory "  
IEEE Transactions on MTT, vol. 20, n°5, 1972, pp 304 - 308.
- [18] W. BARRY:  
" A broad-band, automated, stripline technique for the simultaneous measurement of complex permittivity and permeability."  
IEEE Transactions on MTT, vol. 34, n°1, January 1986, pp 80 - 84.
- [19] P. QUEFFELEC, Ph. GELIN, J. GIERALTOWSKI, J LOAEC:  
"A microstrip device for the broad-band simultaneous measurement of complex permeability and permittivity."  
IEEE Transactions on Magnetics, vol. 30, n°2, March 1994.

- [20] A. BOUGHRIET, C. LEGRAND, A. CHAPOTON:  
"Non Iterative Stable Transmission/Reflection Method For Low Loss Material  
Complex Permittivity Determination "  
IEEE Transactions on MTT, vol. 45, n°1, January 1997, pp 53 - 59.
- [21] D. A. HILL:  
" Reflection coefficient of a waveguide with slightly uneven walls "  
IEEE Transactions on MTT, vol. 37, January 1989, pp 244 - 252.
- [22] L. C. SHEN:  
"Laboratory technique for measuring dielectric properties of core sample at ultrahigh  
frequencies"  
Society of petroleum enginers journal, August 1985, pp 502-514.
- [23] H. E. BUSSEY:  
"Measurement of RF properties of materials a survey"  
Proc. IEEE, vol. 55, June 1967, pp 1046-1053.
- [24] K. S. CHAMPLIN, G. H. GLOVER:  
"Influence of waveguide contact on measured complex permittivity of  
semiconductors"  
J. Appl. Phys., vol. 37, May 1966, pp 2355-2360.
- [25] E. J. VANZURA, J. BAKER-JARVIS, J. H GROSVENOR, M. D. JANEZIC:  
"Intercomparaison of Permittivity Measurements Using the Transmission/Reflection  
Method in 7-mm Coaxial Transmission Lines."  
IEEE MTT, vol. 42, n°11, November 1994, pp 2063-2070.

### *CHAPITRE III*

**Chapitre III**  
**Caractérisation diélectrique de tissus biologiques de**  
**carcasse de bovin en vue de la réalisation d'un capteur**  
**hyperfréquence de reconnaissance**

### **III-1 Introduction**

Dans les chapitres précédents, nous avons décrit les méthodes de caractérisation de matériaux développées dans le cadre de ce travail de thèse. Elles ont été validées à l'aide d'échantillons "étalons".

Dans ce chapitre, nous étudions une première application de ces techniques à l'étude des propriétés diélectriques de différents tissus biologiques de carcasse de bovin en vue de la réalisation d'un capteur hyperfréquence de reconnaissance. Cette étude a été effectuée dans le cadre d'une collaboration entre l'I.N.R.A de Clermont-Ferrand et les équipes "Circuits et Appicateurs" et "Nouveaux Matériaux" du D.H.S de l'I.E.M.N. Elle a été financée par un contrat I.N.R.A - Ministère de la Recherche et de l'Espace [1].

### **III-2 Objectifs de l'étude**

Depuis 1982, la Station de Recherches sur la Viande de l'I.N.R.A de Clermont-Ferrand mène des travaux sur la mise au point de procédés automatiques de désossages et de découpes des carcasses de bovins. Une telle automatisation nécessite la réalisation d'un capteur intégré dans l'outil de découpe et capable de reconnaître, en temps réel, les divers types de tissus biologiques d'une carcasse de bovin. Les informations données par ce capteur doivent permettre à un système superviseur d'élaborer les trajectoires des outils de découpe en fonction des caractéristiques du tissu biologique rencontré (contrôle de la vitesse de coupe, suivi d'une interface entre deux tissus, approche d'un os...).

La difficulté principale d'un tel capteur hyperfréquences réside dans ses dimensions qui doivent être compatibles avec une intégration dans l'outil de découpe.

Pour la réalisation d'un tel capteur, il était indispensable de connaître précisément le comportement diélectrique des différents tissus biologiques en fonction de la fréquence et des températures voisines de celles d'une chambre froide où s'effectue la découpe (de l'ordre de 10°C). Cette étude, développée au sein de l'équipe "Nouveaux Matériaux", fait l'objet de ce chapitre. Nous présentons les techniques expérimentales, l'étude de l'influence de plusieurs paramètres, une comparaison de la permittivité complexe des différents tissus et nous concluons sur la faisabilité du capteur.

### **III-3 Les techniques expérimentales**

Dans ce paragraphe, nous décrivons successivement les techniques utilisées au D.H.S - I.E.M.N et une autre mise au point à l'I.N.R.A de Clermont-Ferrand : la sonde coaxiale.



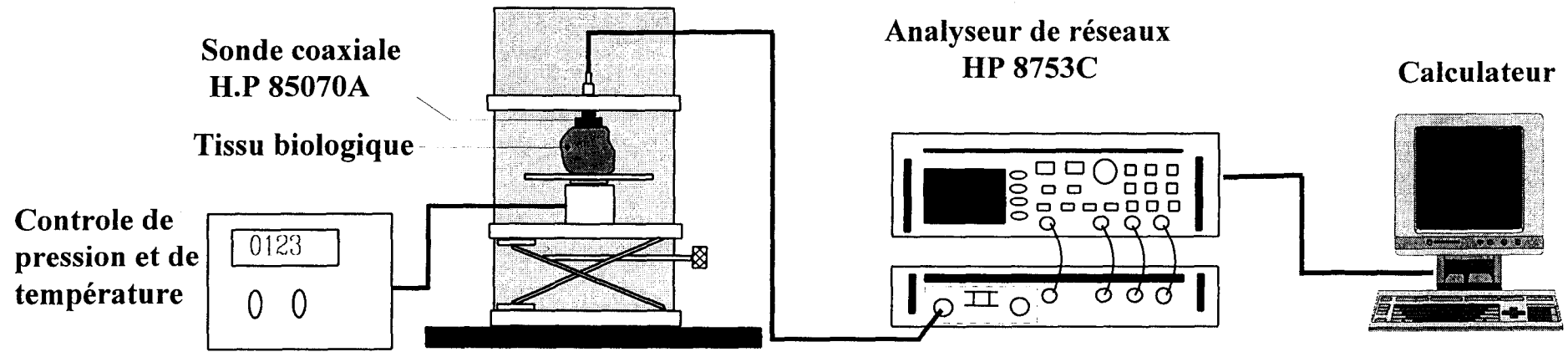


Figure III-1 : Dispositif de mesure à l'I.N.R.A.

### **III-3-1 Cellules utilisées et bandes de fréquences couvertes**

Parmi les différentes cellules décrites dans les chapitres précédents I et II, pour la caractérisation des matériaux biologiques, nous avons retenu les cellules suivantes qui sont adaptées au conditionnement des échantillons (découpe et mise en forme) et aux gammes de fréquences et de températures choisies pour l'étude (10 Hz à 12.4 GHz et 6 à 25 °C) :

- la cellule coaxiale circuit ouvert de standard GR (cf. § I-2-2-b). Ce standard est préférable au standard APC7mm étant données les dimensions plus importantes de l'échantillon. Cette cellule présente l'avantage de couvrir la gamme de fréquences 5 Hz - 2 GHz. La fréquence limite haute résulte de l'apparition de modes supérieurs dans l'échantillon (permittivités importantes). La longueur choisie pour l'échantillon est  $d=6$  mm.

- la cellule guide d'onde rectangulaire 8.2 - 12.4 GHz (cf. § II-2-2-b) avec  $d=10$  mm. Cette cellule complète la gamme de fréquences couverte par la cellule coaxiale. Ses dimensions sont intéressantes pour la mise en place de l'échantillon.

Ces deux cellules permettent la mise en température de l'échantillon à l'aide d'un système à circulation d'eau (température voisine de 10°C correspondant à celle des salles de découpe dans les abattoirs).

Les mesures ont été complétées à l'I.N.R.A à l'aide du dispositif de mesure représenté sur la figure III-1. Il s'agit d'une sonde coaxiale ouverte en standard ACP7mm (HP 85070A) associée à un analyseur de réseaux HP 8753C couvrant la gamme 200 MHz - 6 GHz [2]. La mesure consiste à mettre en contact l'extrémité de la sonde avec l'échantillon à caractériser (figure III-2a). Un logiciel calcule à chaque fréquence la permittivité complexe à partir de l'admittance mesurée dans le plan de contact. Un dispositif annexe permet le contrôle de la pression exercée par la sonde et la mise en température de l'échantillon [3].

L'admittance équivalente de la sonde, dans le plan de contact, peut être représentée par le circuit équivalent de la figure III-2b. L'expression de cette admittance pour un milieu de permittivité  $\epsilon^*$  est la suivante [4][5] :

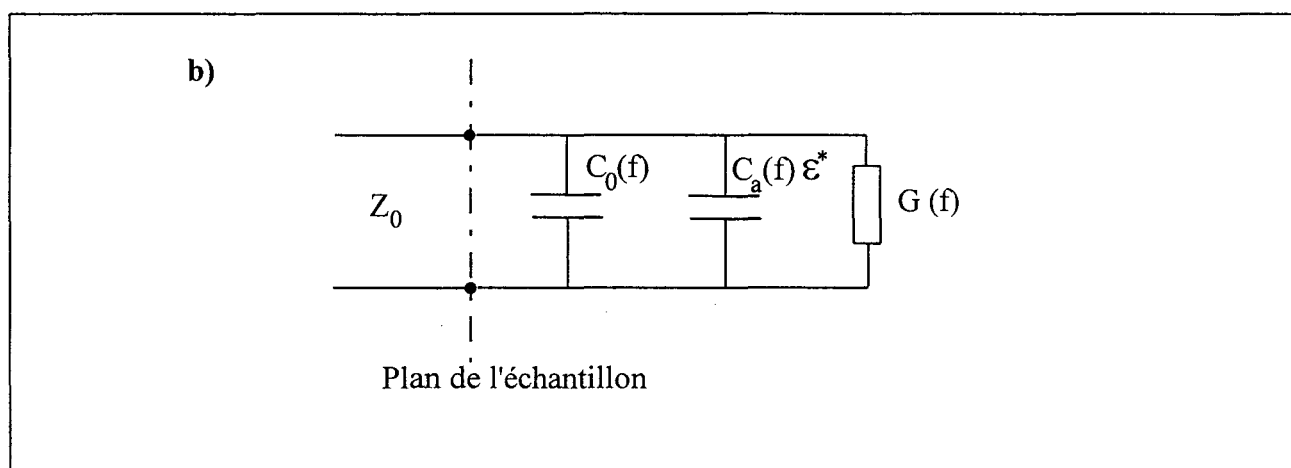
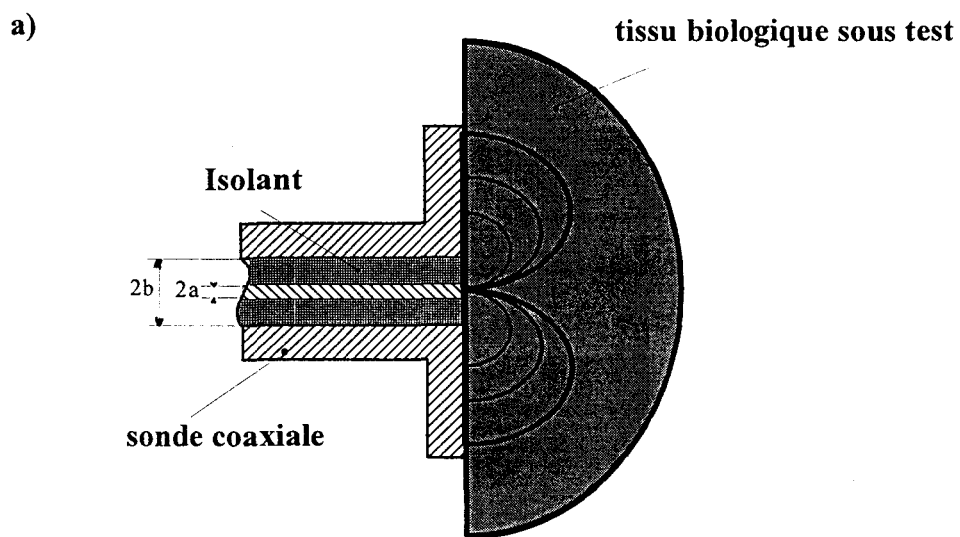


Figure III-2 : Géométrie et carte de champ électrique de la sonde coaxiale (a) et son circuit équivalent (b).

$$Y(f, \varepsilon^*) = \left[ j\omega C_a(f) \varepsilon^* + j\omega C_0(f) + G(f) (\varepsilon^*)^{5/2} \right] \quad (\text{III-1})$$

où :

- $C_a(f)$  est la capacité liée au champ électrique dans l'échantillon.
- $G(f)$  est la conductance représentant le rayonnement dans l'échantillon.
- $C_0(f)$  est la capacité dans l'isolant remplissant la ligne coaxiale en tenant compte

des modes d'ordre supérieur.

Les capacités  $C_a(f)$  et  $C_0(f)$  ainsi que la conductance  $G(f)$  sont calculées en fonction de la fréquence par le logiciel fourni avec la sonde [6]. L'admittance  $Y(f, \varepsilon^*)$  dans le plan de contact est obtenue après un étalonnage préalable du dispositif (détermination des termes d'erreurs) qui consiste à caractériser trois éléments de références : l'air, un court-circuit et l'eau désionisée. Dans le cas d'un matériau inconnu, la permittivité complexe s'obtient en résolvant numériquement l'équation III-1 [7].

Dans le meilleur des cas, la sonde coaxiale peut être utilisée dans la gamme de fréquences 200 MHz - 20 GHz. Pour que le modèle utilisé reste valable, les dimensions de l'échantillon doivent respecter les conditions suivantes [7] :

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{Epaisseur de l'échantillon} > \frac{20}{\sqrt{|\varepsilon^*|}} \text{ mm} \\ \text{Diamètre de l'échantillon} > 20 \text{ mm} \end{array} \right. \quad (\text{III-2})$$

La précision est meilleure à hautes fréquences et pour des matériaux à fortes permittivités et à fortes pertes ( $\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} > 0.05$ ). La précision sur  $\varepsilon'$  est de l'ordre de 5 % dans toute la gamme de fréquence pour  $\varepsilon' > 20$ . Pour  $\varepsilon' = 2$ , cette précision n'est obtenue que pour une fréquence

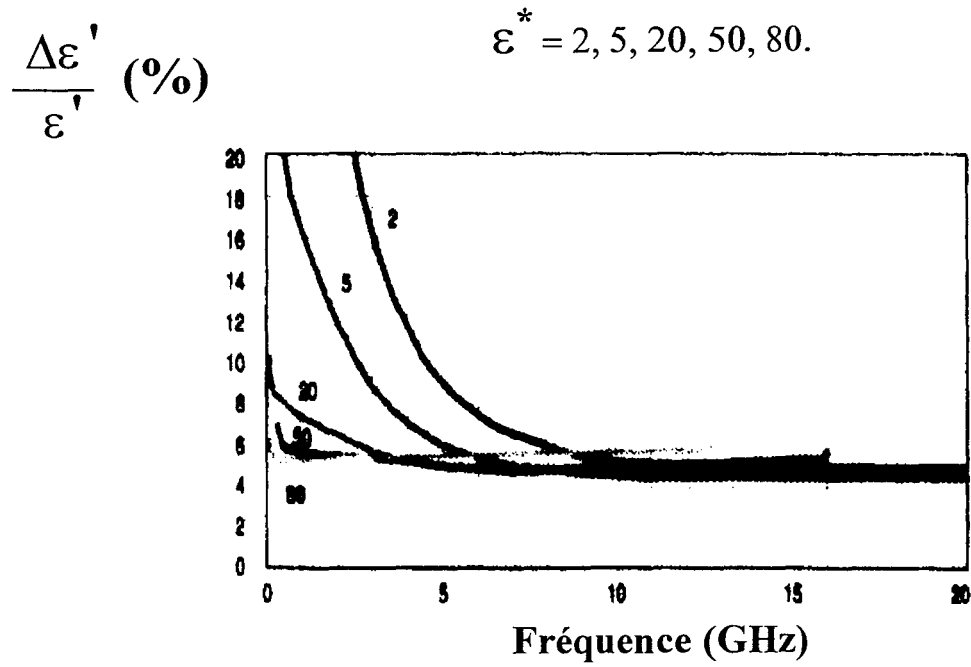


Figure III-3 : Précision sur la permittivité obtenue avec la sonde coaxiale [6].

supérieure à 11 GHz (figure III-3) [6]. De plus, il apparaît une limitation hautes fréquences liée aux propriétés diélectriques du matériau sous test :

$$F_{\max} \leq \frac{110}{\sqrt{|\epsilon^*|}} \text{ GHz} \quad (\text{III-3})$$

La méthode de mesure suppose également un bon contact entre la sonde et l'échantillon sous test (absence d'interstice d'air). Ceci devient un inconvénient majeur pour la caractérisation de matériaux solides. La sonde coaxiale est néanmoins bien adaptée à l'étude de matériaux biologiques.

### **III-4 Tissus biologiques étudiés et mise en forme des échantillons**

Les mesures à l'I.N.R.A et à l'I.E.M.N ont été effectuées sur les mêmes tissus d'une carcasse de bovin. Les différents échantillons étudiés, fournis sous vide à une température voisine de 10°C par l'I.N.R.A, sont les suivants :

- muscles de différentes tenues mécaniques : Tenseur Facial Latéral (**TFL**), Rectus Abdo (**RA**) et le Pectoral Profond (**PP**).
- tissu conjonctif du muscle RA (**TCRA**).
- tendon (**TD**).
- gras de rognons (**GR**).

La préparation des échantillons se fait par découpe à la lame de rasoir (sonde coaxiale et cellule guide d'ondes rectangulaire) ou à l'emporte-pièce (cellule coaxiale). Lors de l'insertion de l'échantillon dans la cellule (coaxiale et guide d'ondes rectangulaire) ou lors de l'application de la sonde coaxiale sur l'échantillon, un soin particulier doit être apporté pour obtenir un bon contact électrique échantillon - cellule (problème des interstices d'air ou de film de liquide).

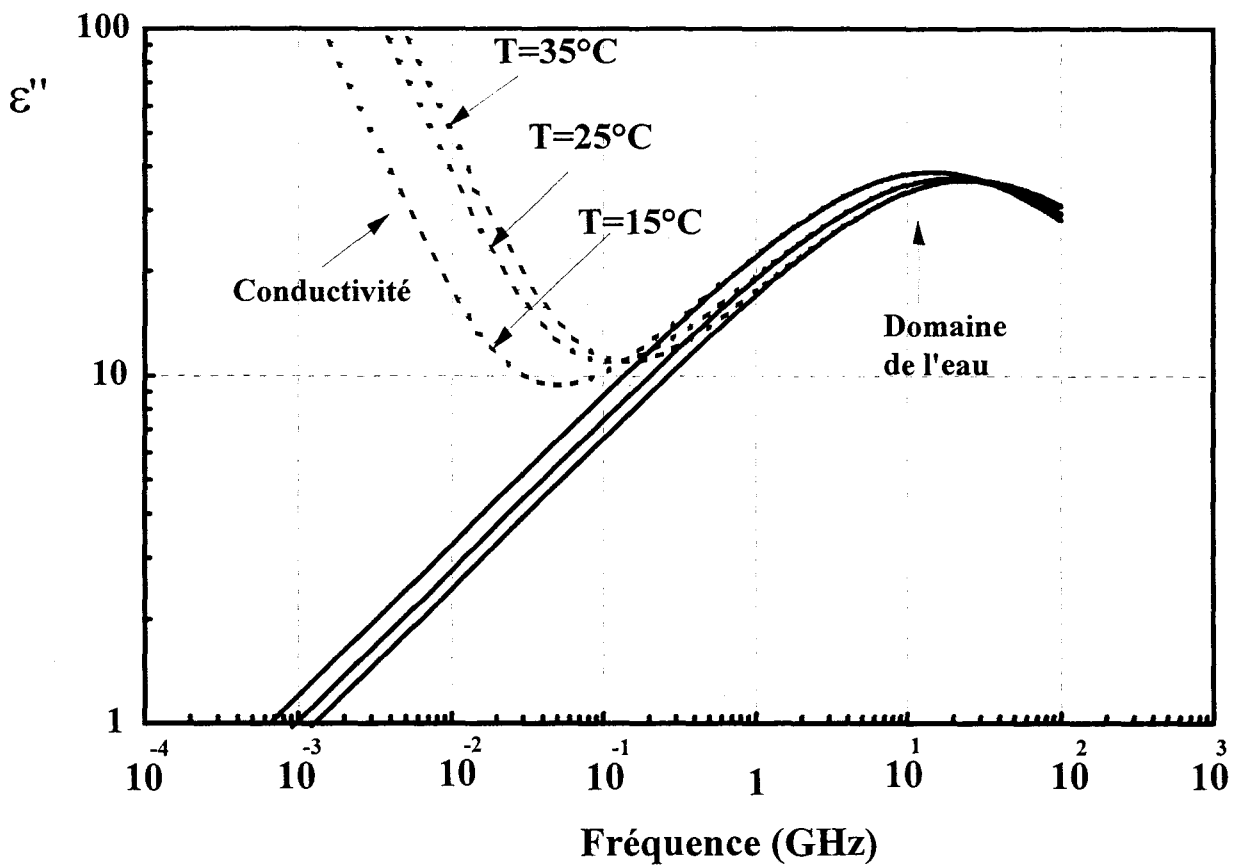
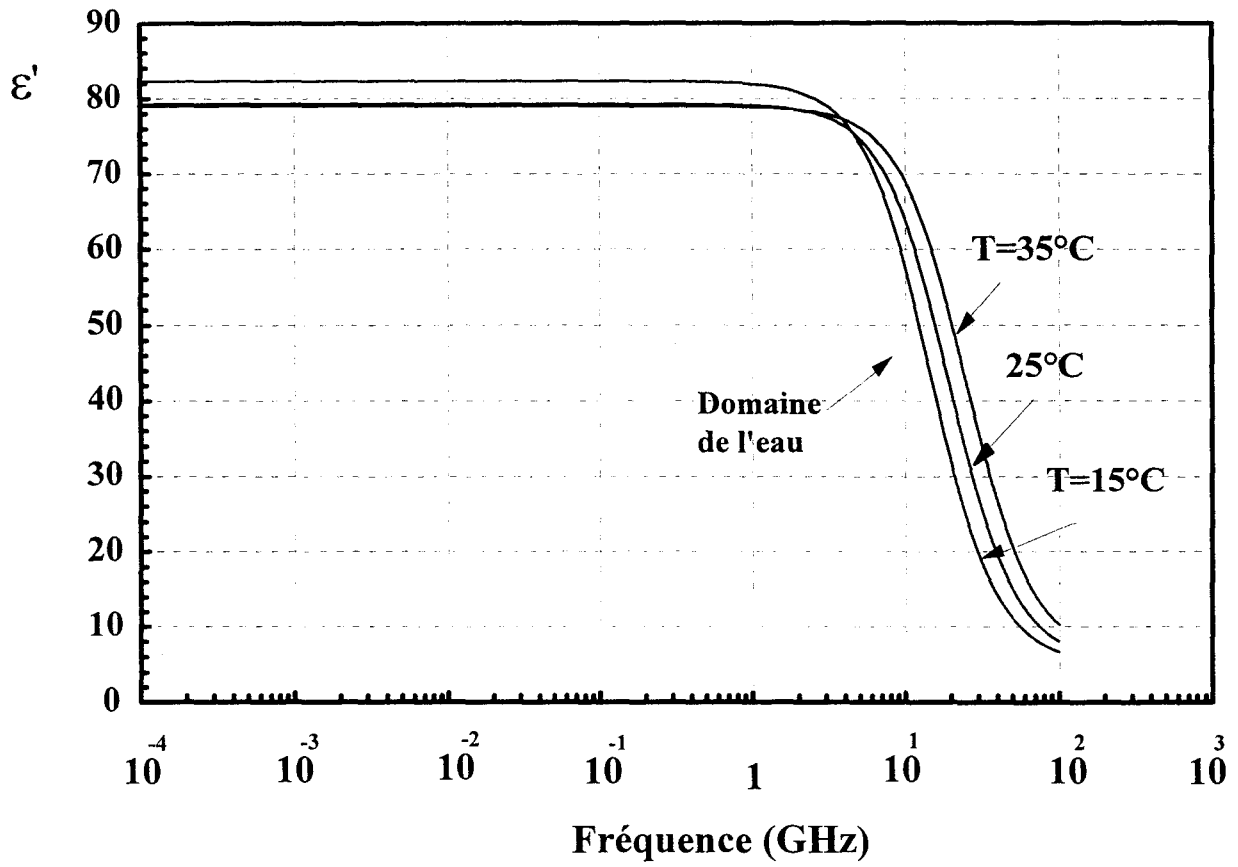


Figure III-4 : Effet de la température sur la permittivité de l'eau.

### **III-5 Rappel des spectres diélectriques de l'eau et des milieux hydratés.**

#### **Spectres des tissus biologiques**

Avant de présenter les résultats obtenus avec les différents tissus biologiques, il est intéressant de rappeler brièvement l'allure des spectres de l'eau et des milieux hydratés.

##### **III-5-1 Spectres de l'eau**

L'allure des spectres de l'eau pure jusqu'à 100 GHz est représentée sur la figure III-4 à trois températures différentes  $T_1 = 25^\circ\text{C}$ ,  $T_2 = T_1 + x$  et  $T_3 = T_2 + x$ .  $x$  correspond à une dizaine de degrés Celsius.

A  $25^\circ\text{C}$ , les spectres  $\epsilon' = f(F)$  et  $\epsilon'' = g(F)$  montrent à 23 GHz un domaine de relaxation important lié aux durées de vie des liaisons de l'eau.

Lorsque l'eau n'est pas désionisée, il apparaît sur  $\epsilon'' = g(F)$  une conductivité basses fréquences qui se traduit par une variation linéaire de  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence  $F$  en échelles logarithmiques avec une pente -1 : courbes en pointillés sur la figure III-4. Cette conductivité et le domaine de relaxation de l'eau se décalent vers les hautes fréquences lorsque la température augmente.

##### **III-5-2 Spectres de milieux hydratés**

Pour la plupart des milieux hydratés les spectres  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  montrent différents mécanismes (cf. courbes 1 de la figure III-5) :

- une conductivité basses fréquences observée sur  $\epsilon''$ .
- le domaine de relaxation de l'eau à 23 GHz ou à des fréquences plus basses en fonction des interactions "eau - structure du milieu".



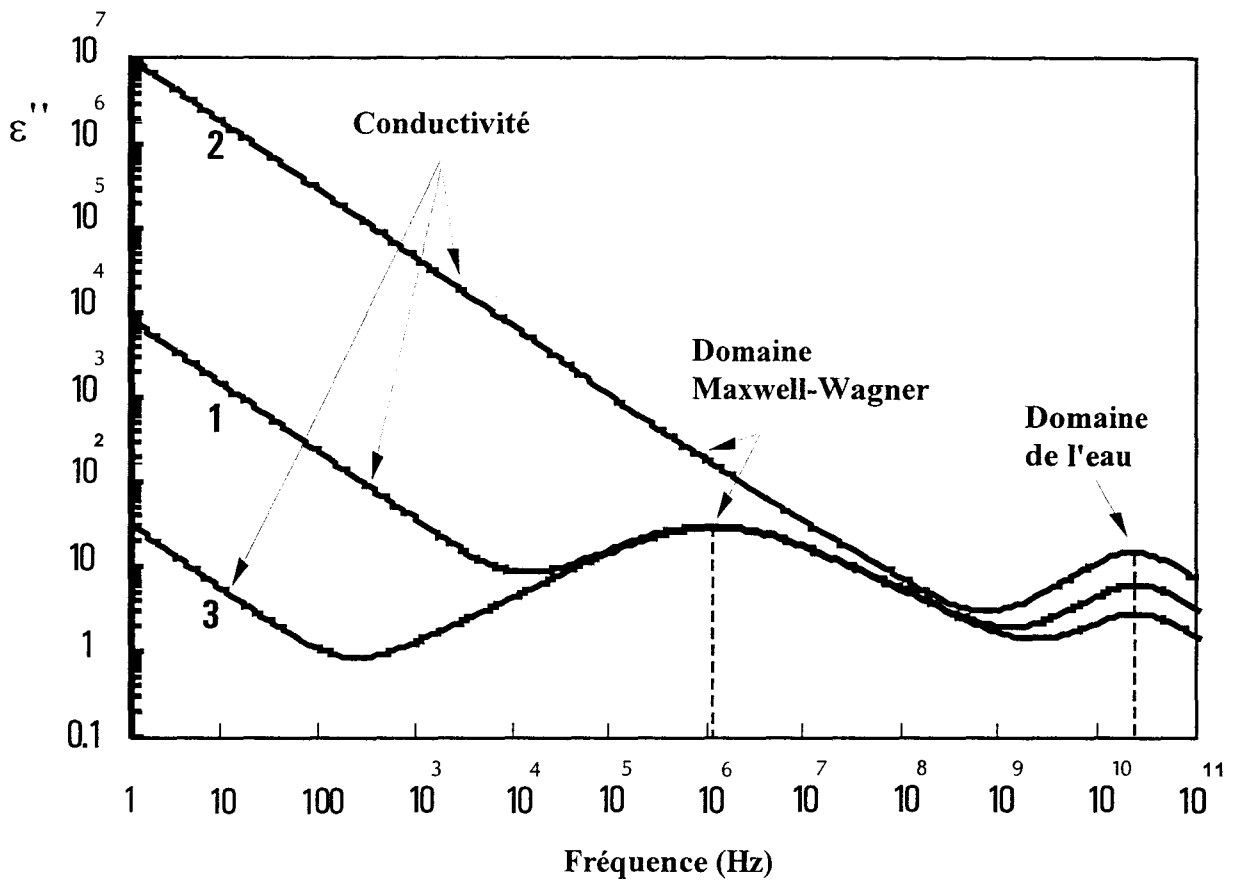
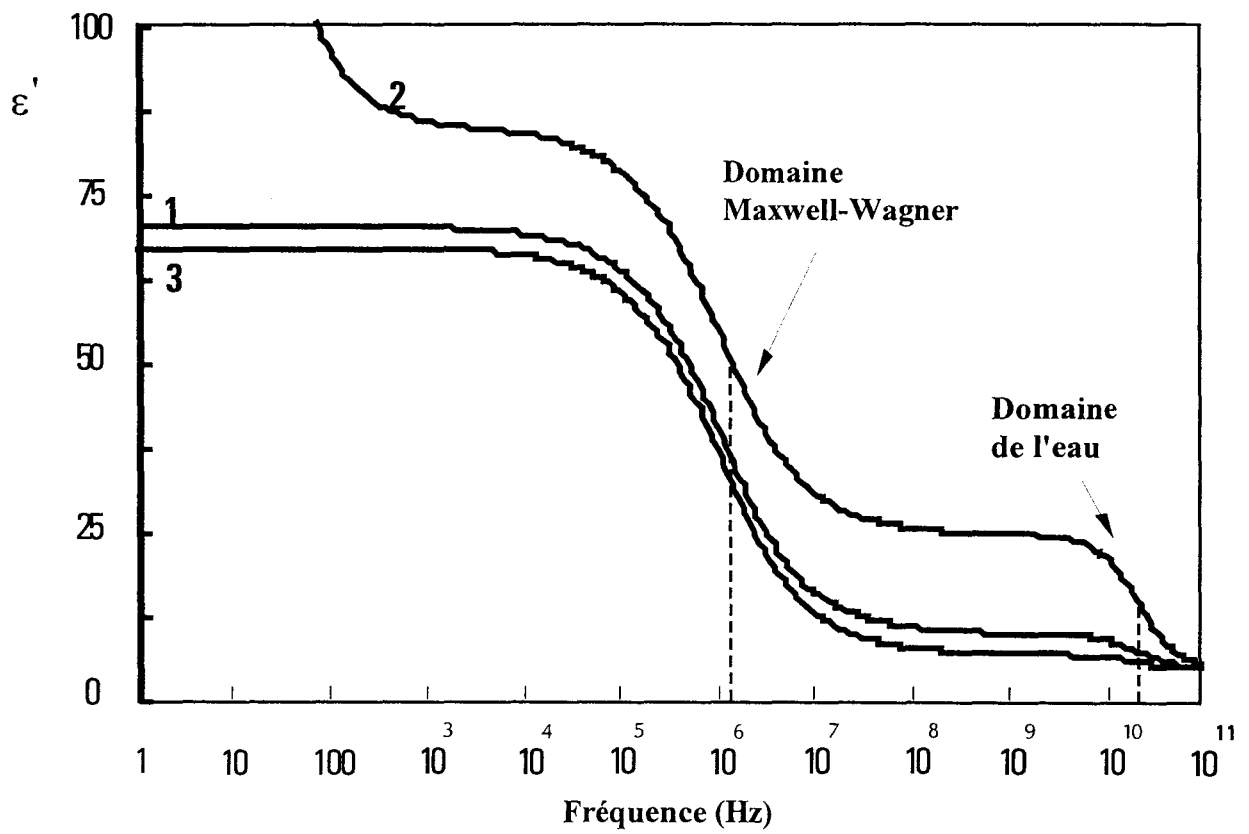


Figure III-5 : Effet de l'hydratation du matériau.

- un ou plusieurs domaine(s) de type "Maxwell-Wagner" pouvant s'étendre dans une large gamme de fréquences : de quelques Hz à 100 MHz. Ils correspondent à de la polarisation interfaciale, caractéristique de l'hétérogénéité de la structure du milieu.

Si le milieu est fortement hydraté, les mécanismes de type "Maxwell-Wagner" sont très souvent "noyés" dans la conductivité et le domaine de l'eau est important : courbes 2 de la figure III-5. Par contre, pour un milieu faiblement hydraté, l'allure des spectres  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  est donnée sur les courbes 3 : faible conductivité basses fréquences, dégagement du ou des domaine(s) Maxwell-Wagner et faible amplitude du domaine de l'eau.

### **III-5-3 Spectres des tissus biologiques**

Les tissus biologiques ont une teneur en eau importante, nous devons donc nous attendre à avoir des spectres de type des courbes 2 de la figure précédente. C'est ce que nous observons sur les spectres du muscle TFL (figure III-6).

### **III-6 Choix des conditions expérimentales : influence de quelques paramètres**

Avant d'étudier l'influence de plusieurs paramètres à savoir :

- le vieillissement des tissus "post mortem".
- la température de mesure.
- l'orientation de l'échantillon par rapport au champ électrique (effet d'anisotropie)
- l'action de cycles thermiques

pour fixer les conditions expérimentales, il est impératif de déterminer la précision des résultats liée à la reproductibilité des mesures et de s'assurer du recoupement des mesures entre les différents dispositifs utilisés à l'I.N.R.A et l'I.E.M.N.

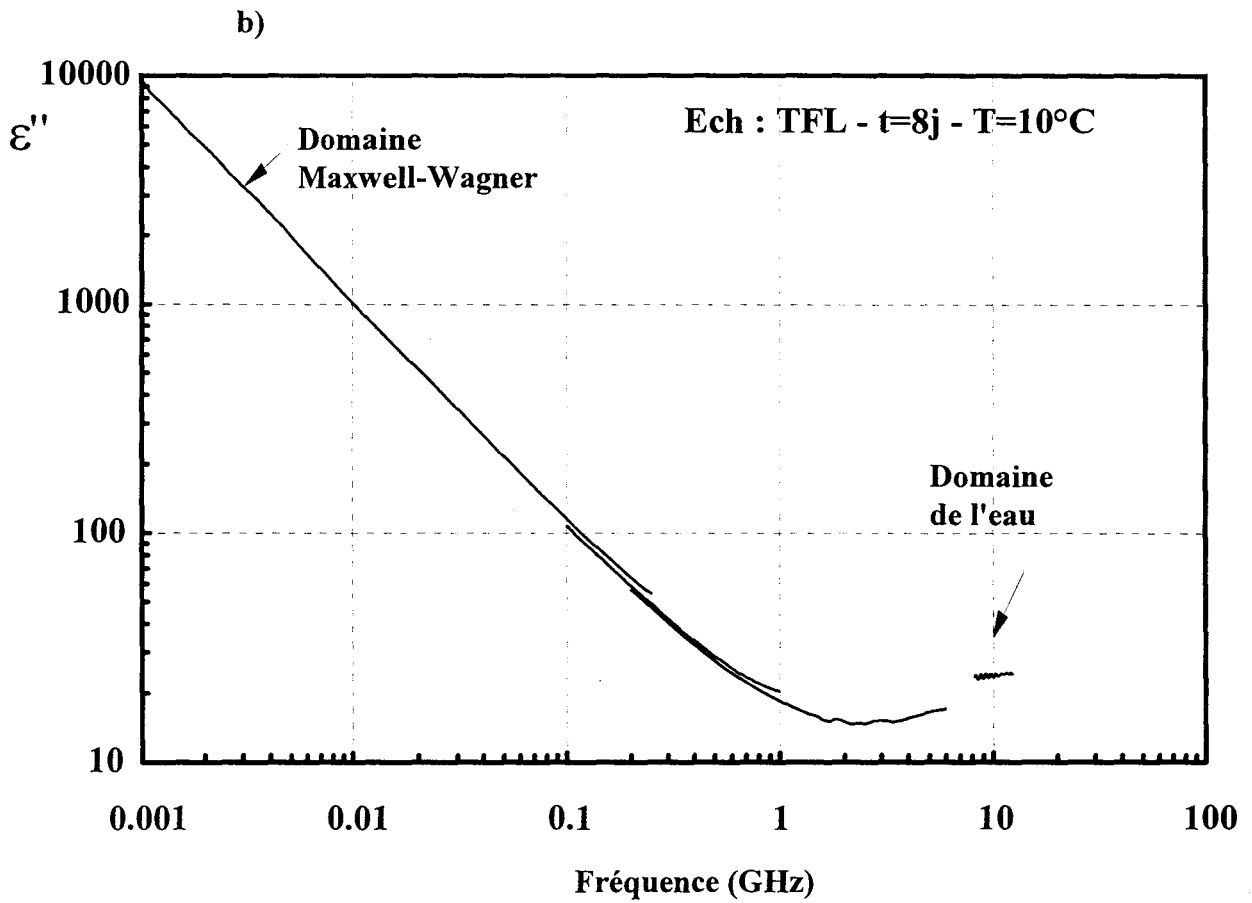
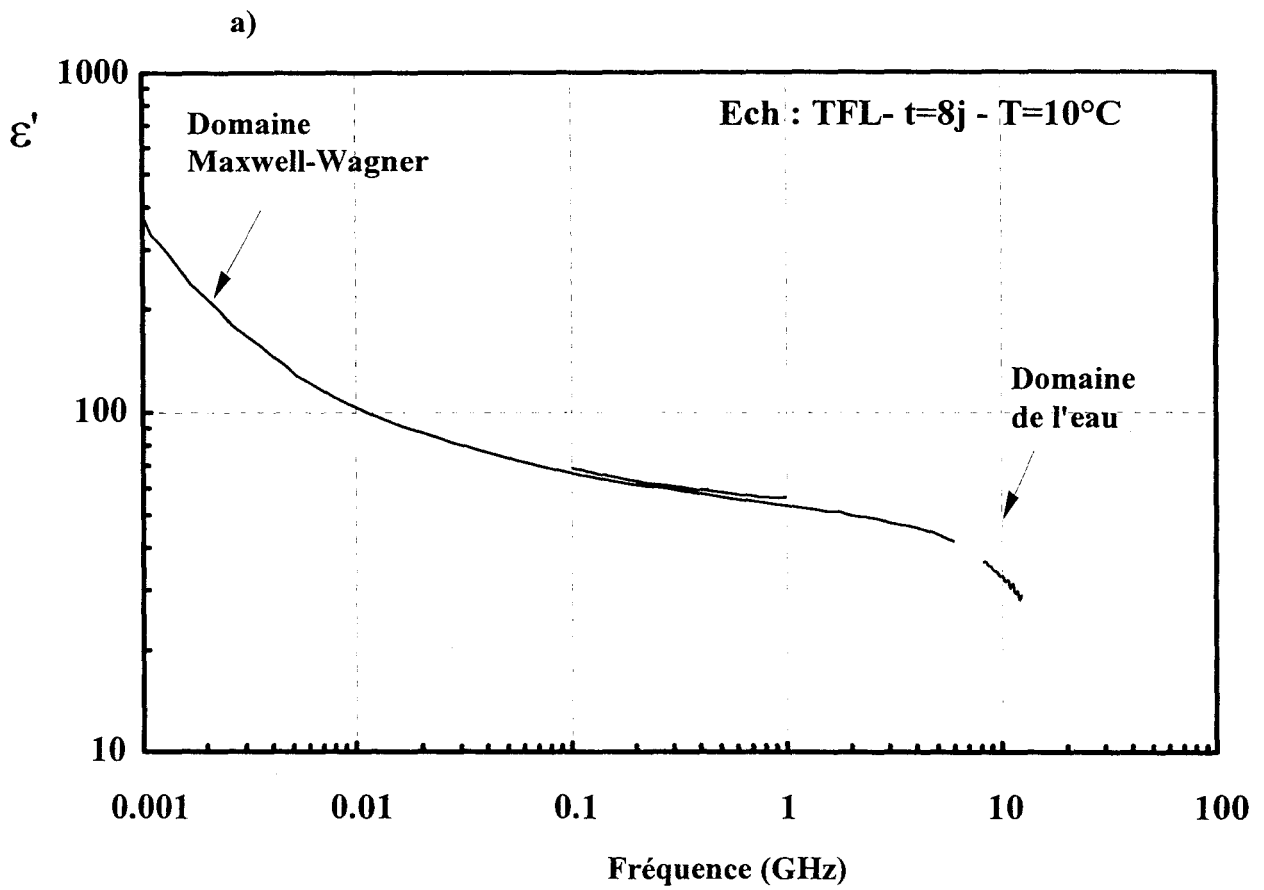


Figure III-6 : Spectre large bande du muscle TFL.

Remarque importante : Dans ce paragraphe III-6, pour ne pas trop alourdir la rédaction, nous ne donnons que quelques spectres diélectriques caractéristiques parmi tous ceux qui ont été relevés.

### **III-6-1 Précision des résultats**

La précision des résultats dépend de deux facteurs :

- la précision des mesures tenant compte des dispositifs, cellules et méthodes de calibrage utilisés.
- la reproductibilité des mesures d'un échantillon à l'autre étant donné le problème difficile de la mise en place des matériaux biologiques dans les cellules.

Avec les méthodes de mesure utilisées à l'I.E.M.N et pour des échantillons solides ou liquides ne posant pas de problème de mise en place dans les cellules, la précision des mesures a été déterminée par ailleurs [8] :

$$\frac{\Delta \varepsilon'}{\varepsilon'} < 5\% \text{ et } \frac{\Delta \varepsilon''}{\varepsilon''} < 10\%$$

Pour chiffrer les erreurs dues à la reproductibilité des résultats, plusieurs (3 à 5) échantillons issus d'un même tissu biologique sont placés successivement dans les trois types de cellules utilisées : cellule coaxiale, sonde, guide d'onde. Sur les figures III-7 et III-8, nous avons tracé les courbes encadrant l'ensemble des résultats obtenus respectivement pour les muscles TFL et RA. Nous constatons que les écarts de reproductibilité sont moins importants avec les cellules où la mise en place de l'échantillon est plus facile et moins "traumatisante" : sonde et guide d'onde par rapport à la cellule coaxiale.

Les écarts sont inférieurs à 15 % en  $\varepsilon'$  et 25 % en  $\varepsilon''$ . Pour minimiser cette dispersion des résultats, il est nécessaire de faire une moyenne des mesures obtenues avec au moins 3 ou 5 échantillons découpés dans le même tissu biologique, comme ce sera le cas pour les spectres

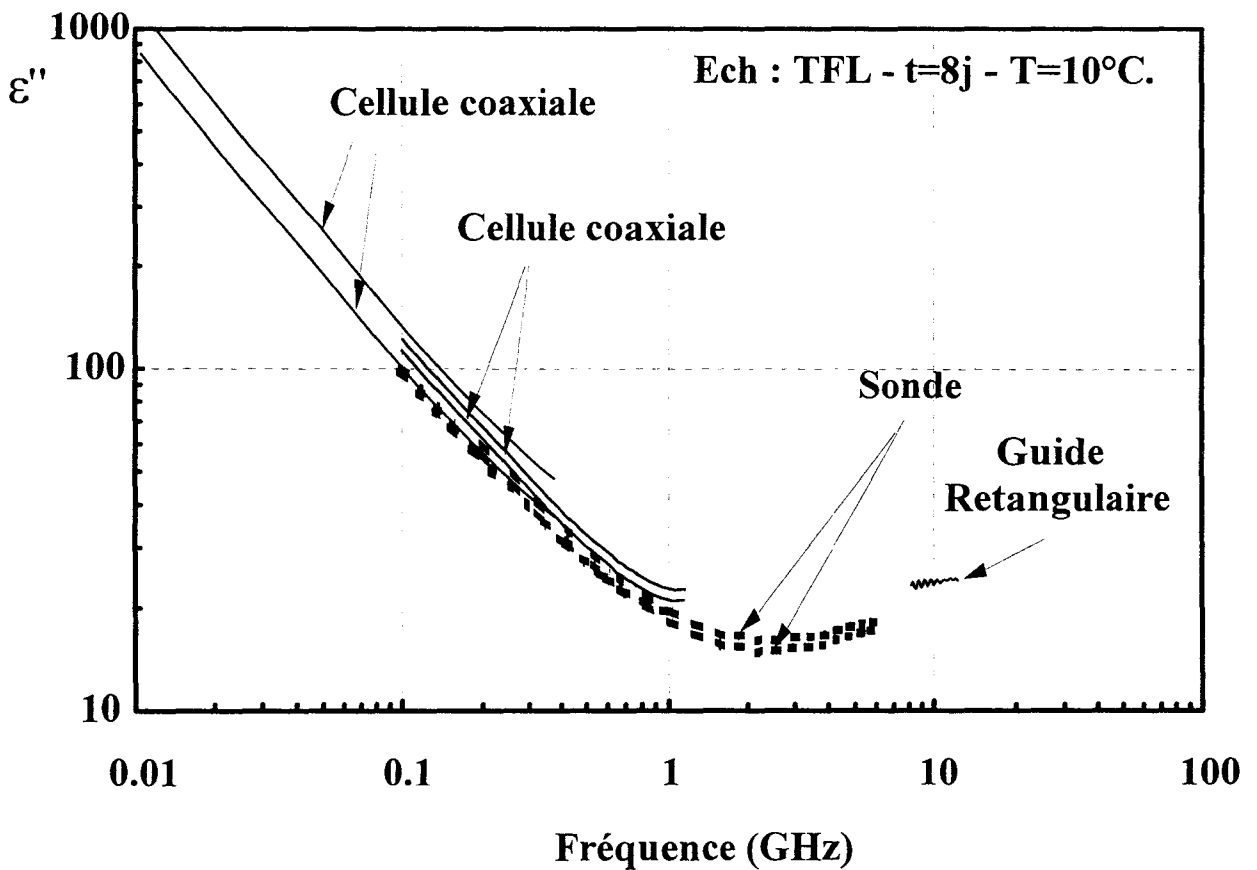
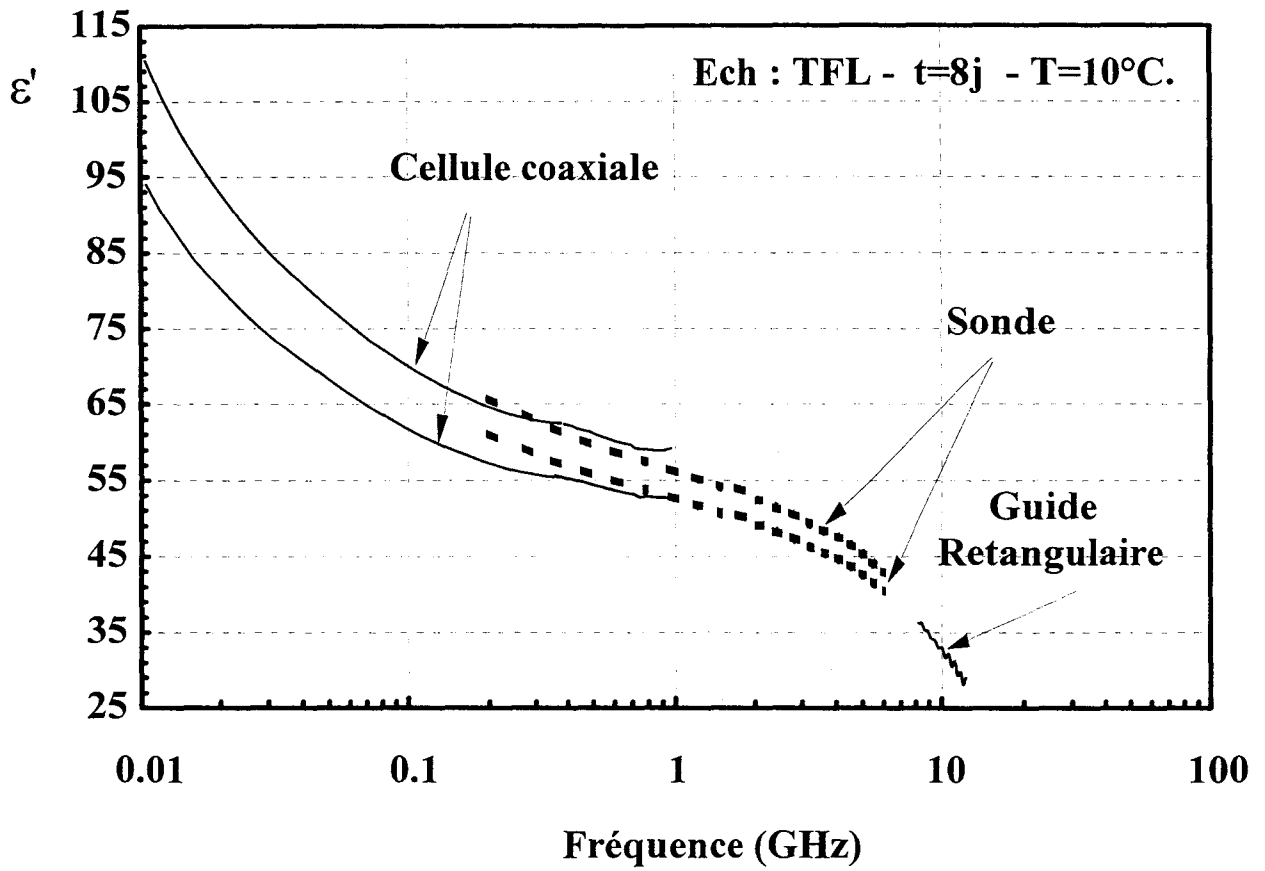


Figure III-7 : Reproductibilité des résultats pour le muscle TFL.

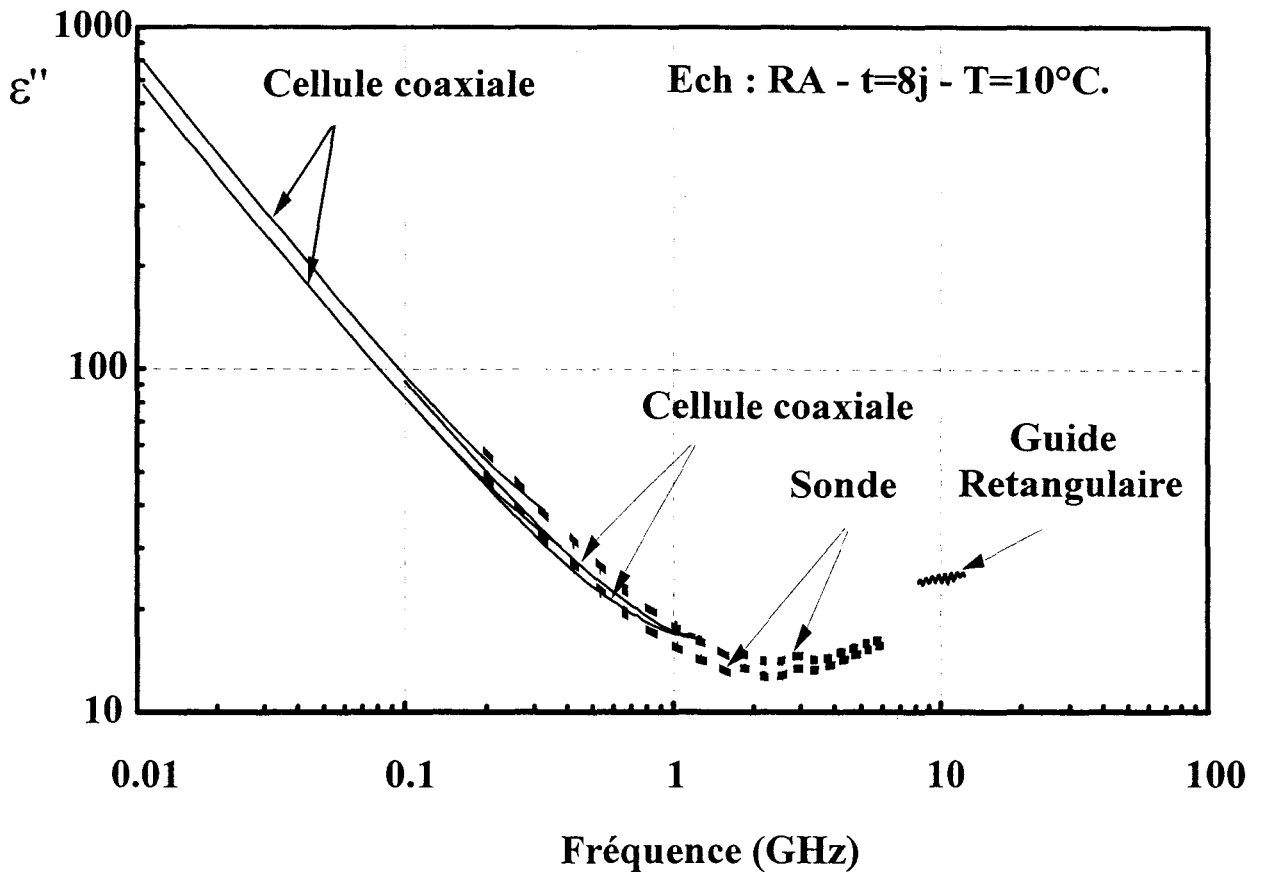
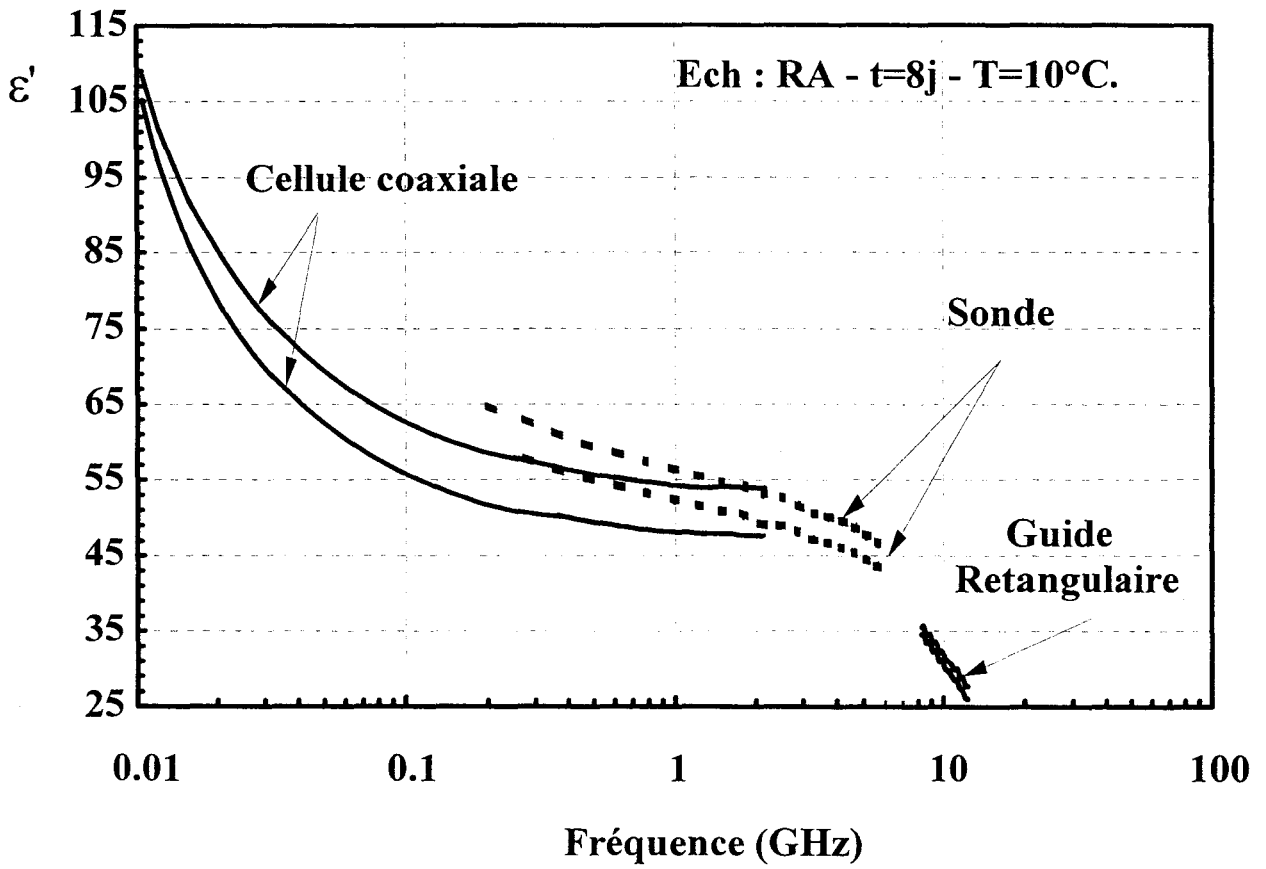


Figure III-8 : Reproductibilité des résultats pour le muscle RA.

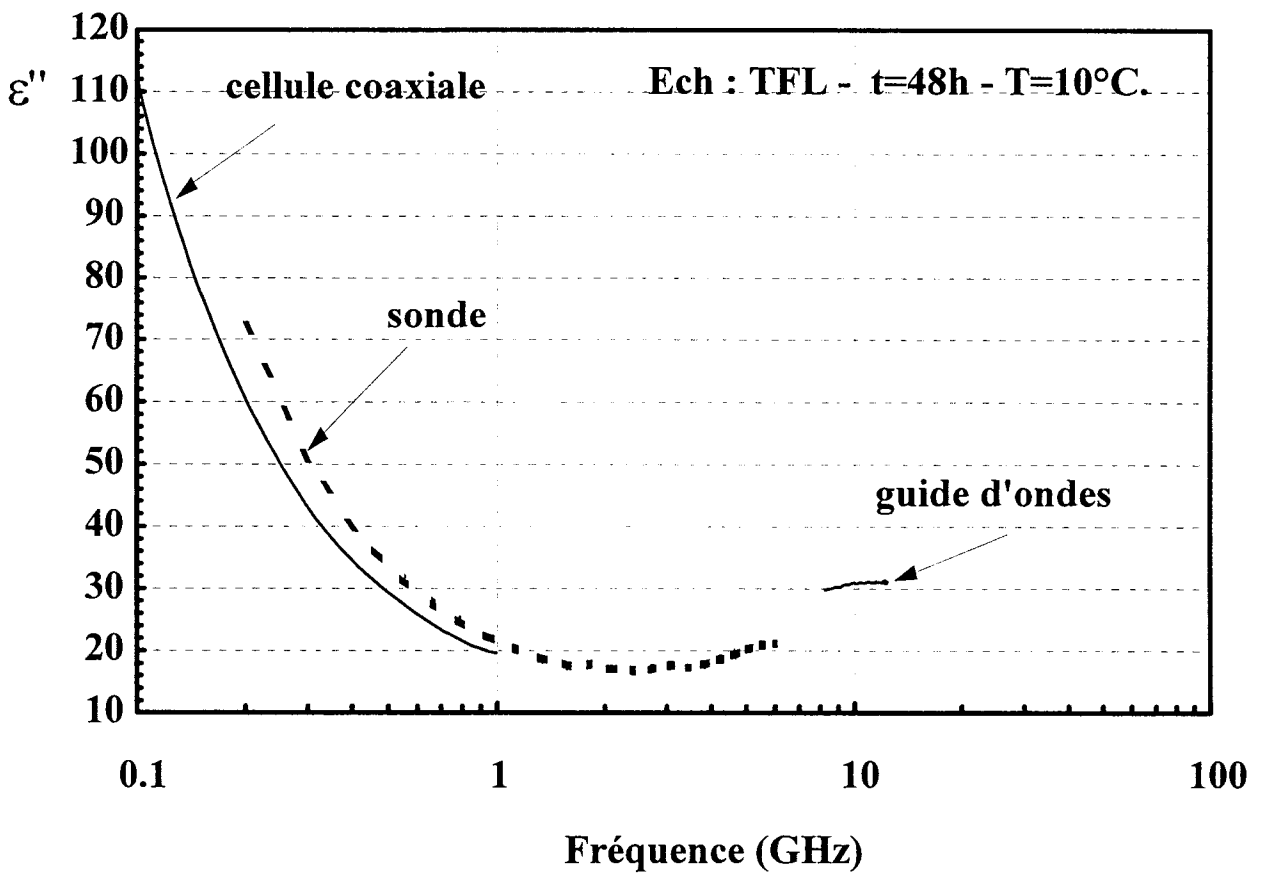
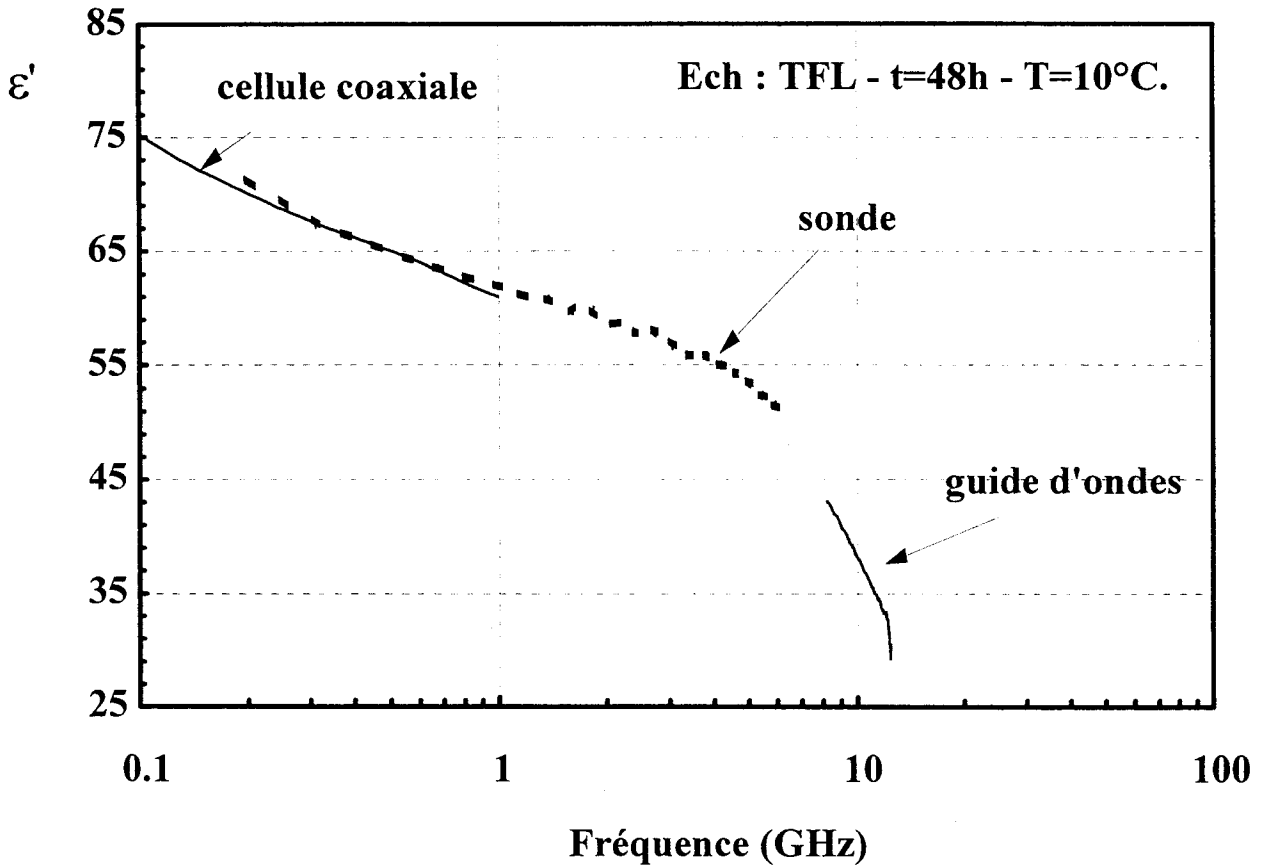


Figure III-9 : Recoupement des résultats de mesure obtenus avec différentes cellules.

présentés par la suite. Dans ces conditions, la précision des résultats est estimée inférieure à 10 % en  $\epsilon'$  et 15 % en  $\epsilon''$ .

En conclusion, c'est la mise en place des échantillons qui limite la précision des résultats, d'où l'importance de cette opération.

### **III-6-2 Recouplement des mesures entre les différents dispositifs utilisés**

Le recouplement des mesures effectuées avec les différents dispositifs de la centrale de caractérisation de l'I.E.M.N ne pose pas de problème, comme cela a été montré par ailleurs [9]. Par contre, il est important de vérifier si ce recouplement existe bien entre les résultats obtenus à :

- l'I.E.M.N (cellule coaxiale, guide d'onde)
- et l'I.N.R.A (sonde)

Comme on peut le voir sur la figure III-9 concernant la mesure correspondant au muscle TFL 48 heures post mortem, le recouplement est satisfaisant compte tenu de la précision des résultats déterminée précédemment (paragraphe III-6-1).

### **III-6-3 Influence du vieillissement**

L'étude du vieillissement est effectuée sur des échantillons prélevés sur le même tissu de muscle RA 48 heures puis 8 jours post mortem (figure III-10). Elle montre que  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  diminuent avec le vieillissement. Ceci peut s'expliquer par une perte d'eau au cours du temps, les spectres à 48 heures et 8 jours sont analogues à ceux décrits au paragraphe III-5-2 plus au moins hydratés. Sur les spectres à 48 heures post mortem, les recouplements sont moins bons. Les tissus contenant plus d'eau, la mise en place des échantillons est plus délicate (effet d'éponge).



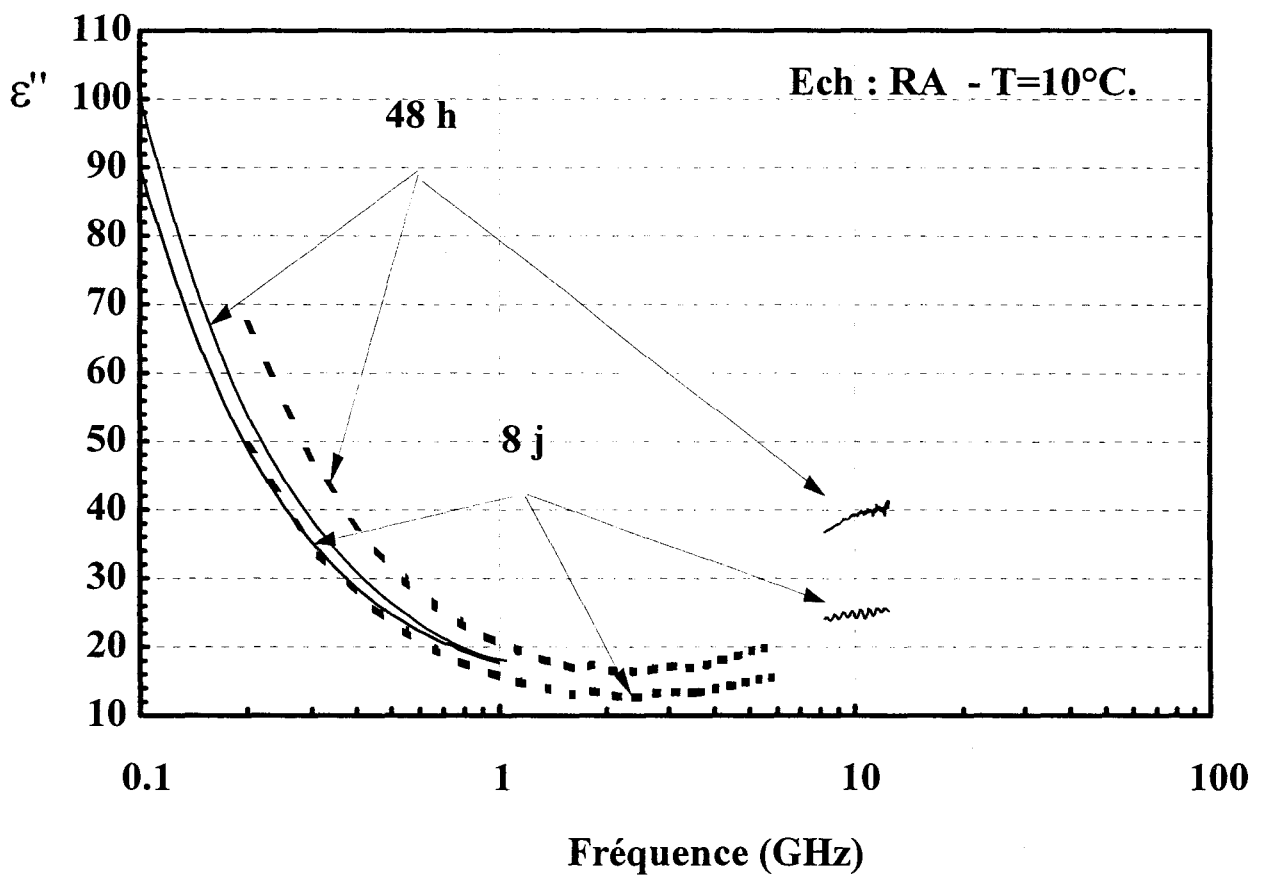
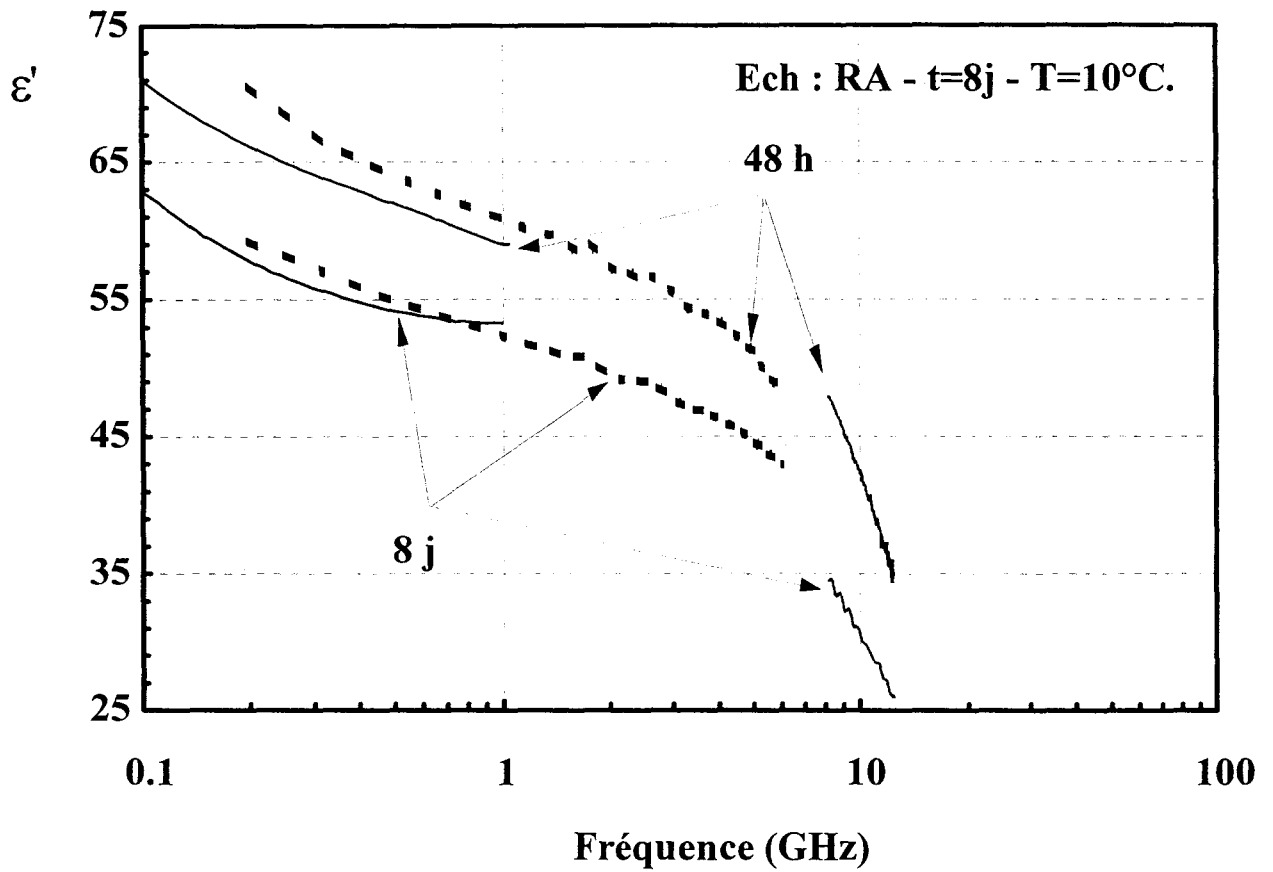


Figure III-10: Etude de l'effet du vieillissement du muscle.

### **III-6-4 Influence de la température**

Pour voir l'influence de la température sur les spectres diélectriques, nous avons découpé deux échantillons sur le même muscle TFL 48 heures post mortem : l'un pour la cellule coaxiale, l'autre pour le guide d'onde. Nous avons relevé tout d'abord les spectres à 10°C (température des abattoirs) puis sans toucher aux échantillons, les spectres à 15°C (figure III-11). Les variations de permittivités observées pour cette gamme étroite de température sont au maximum de l'ordre de grandeur des erreurs des résultats expérimentaux.

Pour cette raison, par la suite, il n'est donc pas nécessaire de réguler la température avec une grande précision. Le système expérimental utilisé donne 10°C à  $\pm 0.5^\circ\text{C}$ .

### **III-6-5 Influence de l'orientation de l'échantillon par rapport au champ électrique**

Les tissus biologiques, en particulier les muscles ont une structure en fibres. Ils présentent donc une anisotropie que les spectres diélectriques doivent mettre en évidence.

Nous présentons sur le tableau III-1 les positionnements possibles des échantillons dans les différentes cellules utilisées. Pour la cellule coaxiale, le champ électrique est radial et suivant l'orientation de l'échantillon, on peut mesurer  $\varepsilon_{\perp}^*$  et  $\varepsilon_{\text{moyen}}^*$ . Dans le cas de la cellule guide d'onde, le champ électrique est perpendiculaire aux grands cotés. En orientant l'échantillon, les permittivités  $\varepsilon_{\perp}^*$  et  $\varepsilon_{//}^*$  peuvent être mesurées. La sonde coaxiale présente une carte de champ plus complexe. Elle n'est pas adaptée aux mesures d'anisotropie.

Les résultats expérimentaux reportés figure III-12 correspondent au muscle TFL 48 h post mortem. Pour la cellule coaxiale, les courbes de  $\varepsilon'_{//}$  et  $\varepsilon''_{//}$  sont au dessus de celles de  $\varepsilon'_{\text{moyen}}$  et  $\varepsilon''_{\text{moyen}}$  indiquant une forte anisotropie. Sur l'ensemble des spectres, les variations de  $\varepsilon^*$  liées à l'anisotropie des échantillons sont bien supérieures aux précisions des résultats.

Aussi, par la suite, pour s'affranchir de l'effet d'anisotropie, nous traçons seulement les spectres  $\varepsilon_{\perp}^*$  seule configuration que nous pouvons obtenir à la fois avec la cellule coaxiale et le guide d'ondes rectangulaire.

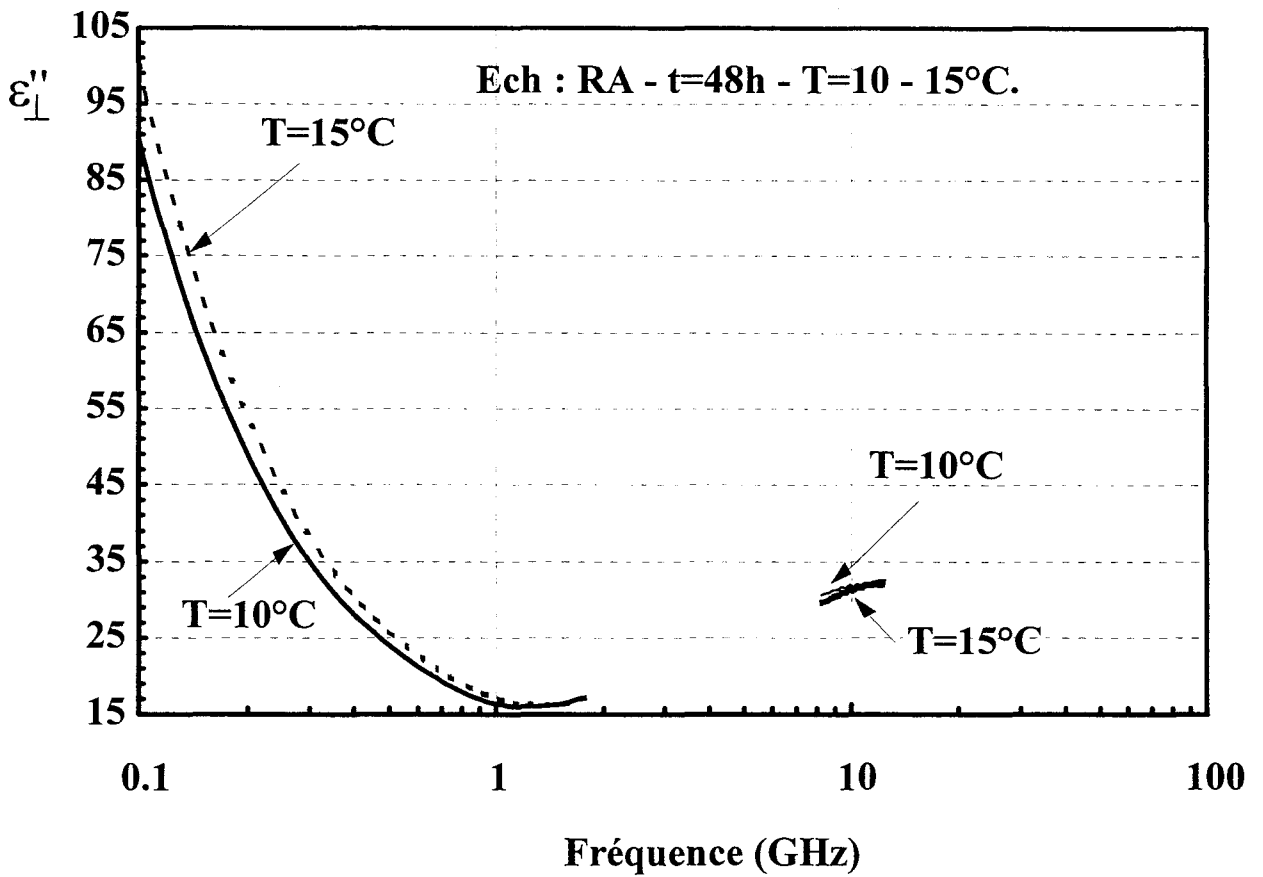
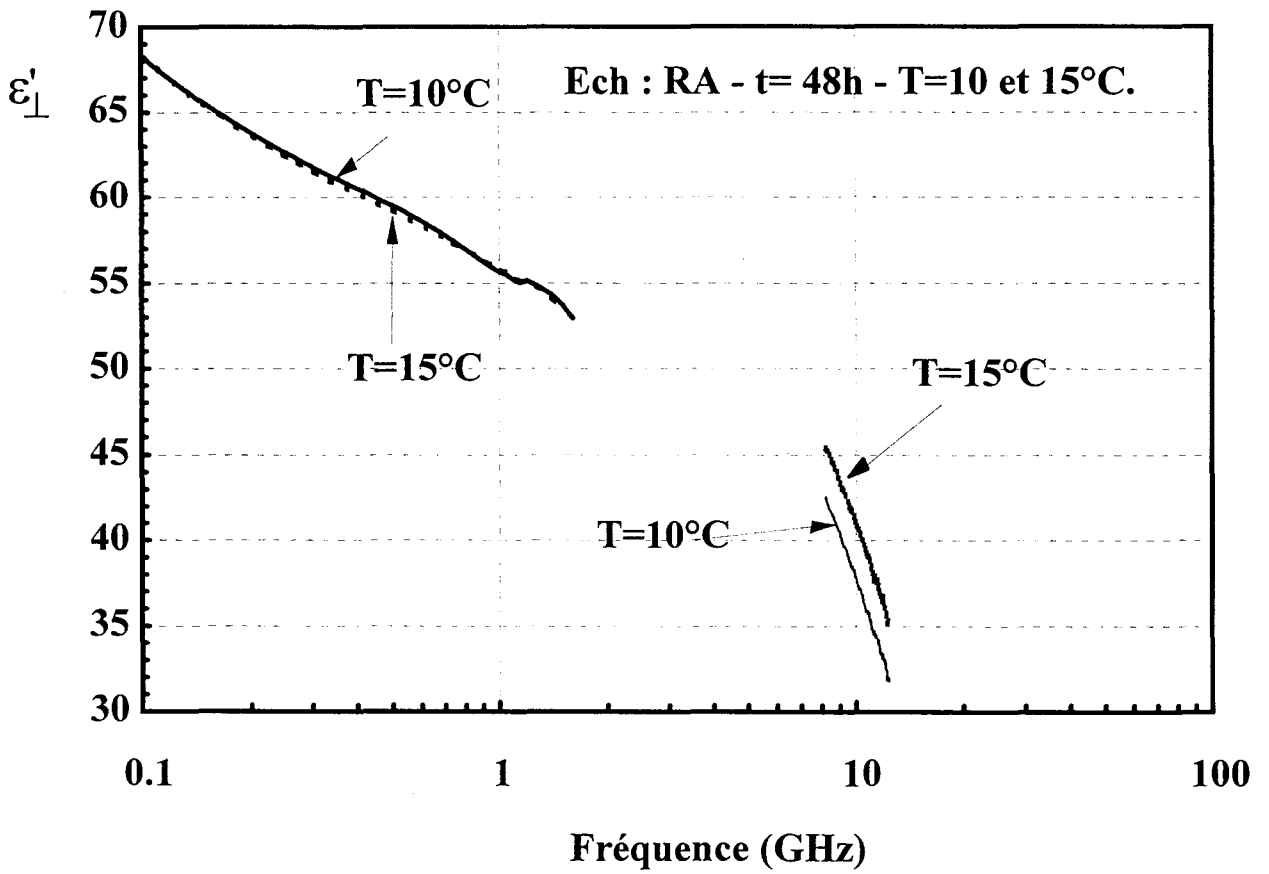


Figure III-11 : Etude de l'effet de la température sur la permittivité du muscle.



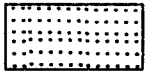

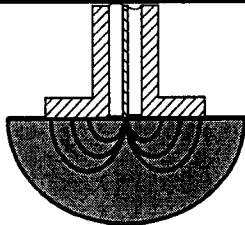
Cellules Echantillon	Cellule coaxiale G.R circuit- ouvert		Cellule guide d'onde rectangulaire		Sonde coaxiale
Muscle	 * $\epsilon_{\perp}$	 * $\epsilon_{moy}$	 * $\epsilon_{\perp}$	 * $\epsilon_{//}$	

Tableau III-1 : Mise en forme des échantillons.

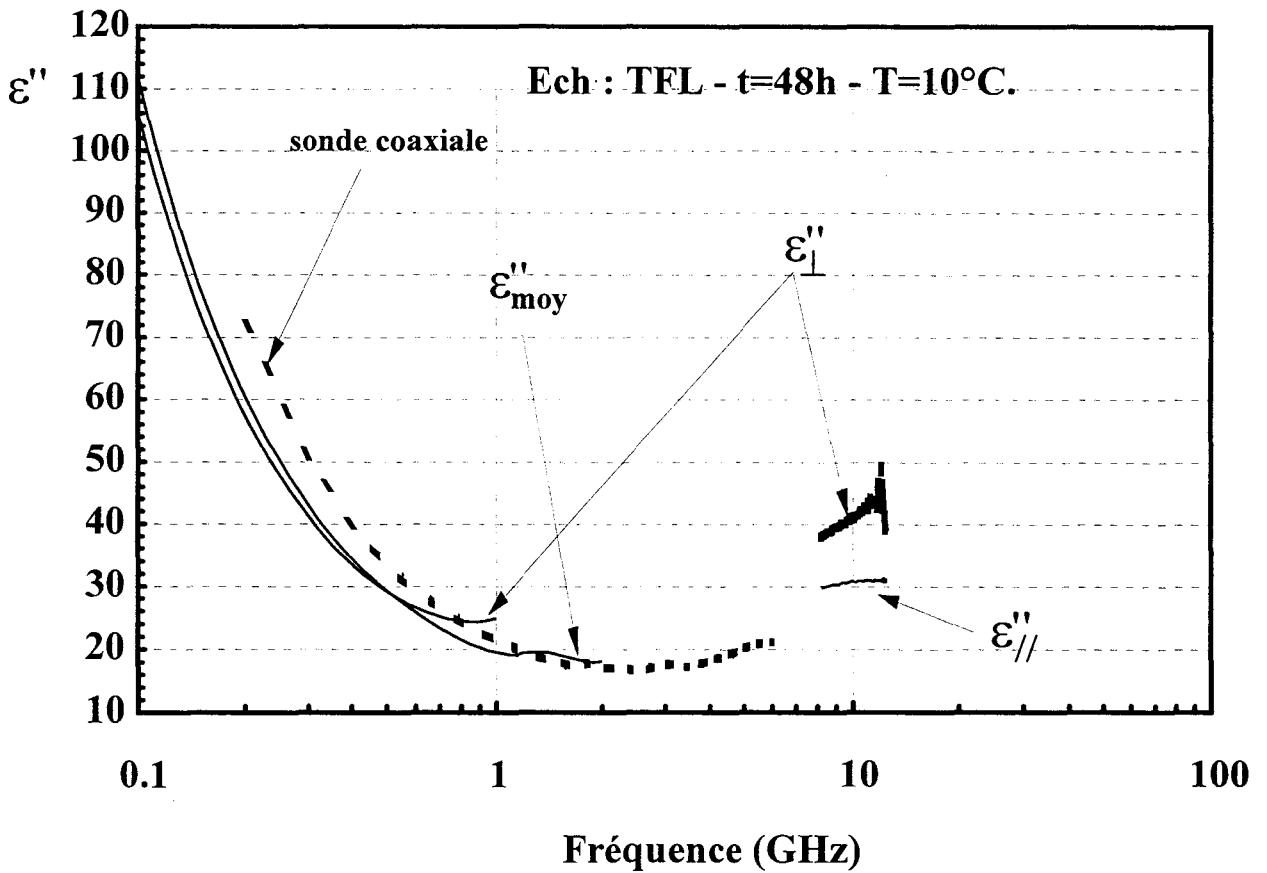
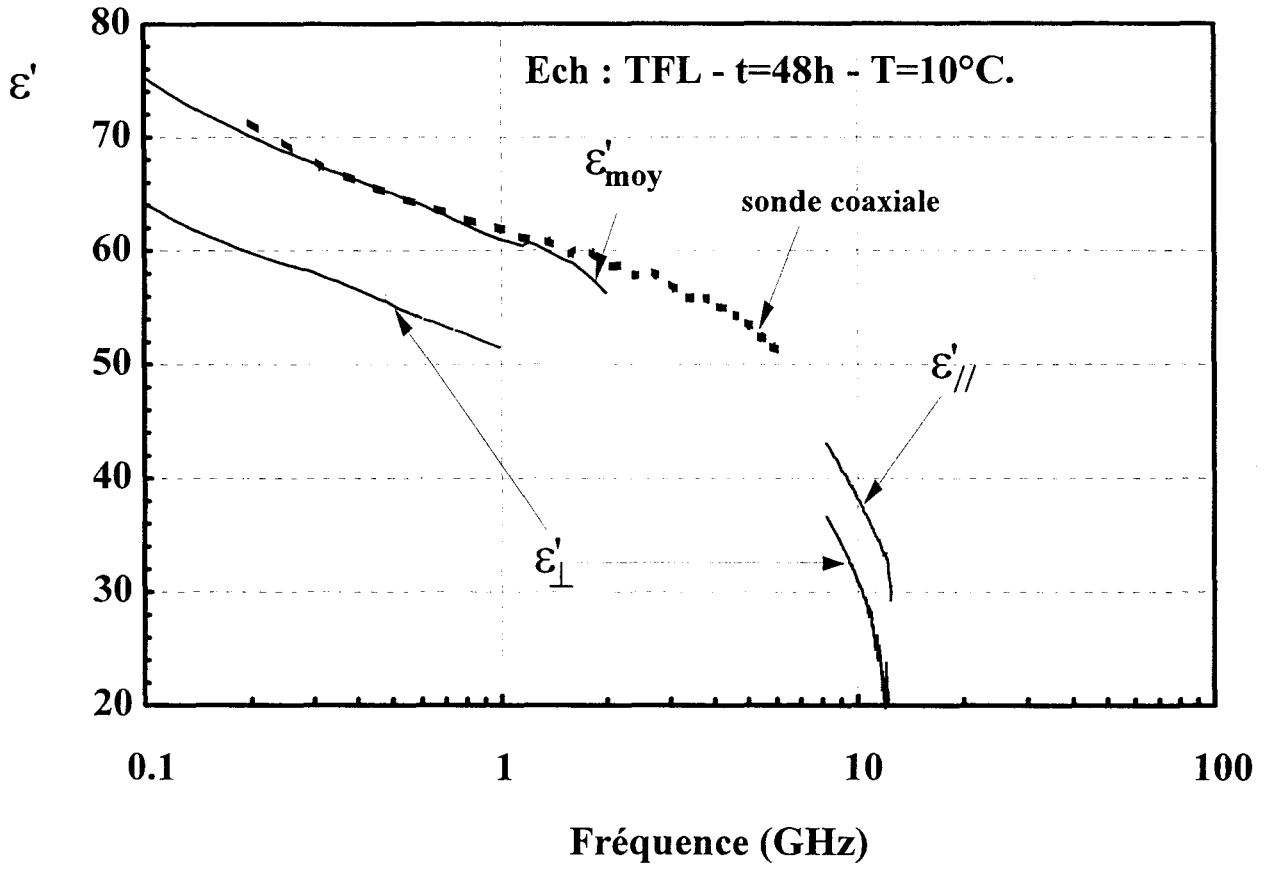


Figure III-12 : Etude de l'effet de l'anisotropie sur la permittivité du muscle TFL.

### III-6-6 Effet des cycles thermiques

De façon complémentaire, une étude de l'influence de cycles thermiques congélation-décongélation est effectuée. Dans une première phase, des échantillons de muscles de temps post mortem  $t=48$  h n'ayant subi, au préalable, aucun cycle thermique sont placés dans un porte échantillon de cellule coaxiale et sont caractérisés à 23°C. Dans une deuxième phase, l'ensemble "échantillon dans porte-échantillon" après congélation à la température de - 30 °C pendant 24 heures est caractérisé à nouveau à 23°C.

Nous présentons sur les figures III-13 et III-14, les spectres  $\epsilon'_{\perp}$ ,  $\epsilon''_{\perp}$  et  $\sigma'_{\perp}$  <sup>(1)</sup> d'un muscle RA  $t = 48$ h post mortem (à 23°C et dans la bande de fréquences 5 Hz - 1 GHz) avant et après congélation. Nous remarquons des modifications importantes des trois spectres dans la bande de fréquences 10 Hz - 10 MHz, en particulier une forte augmentation de la conductivité après congélation. Sur la figure III-15, nous donnons le rapport des conductivités après et avant congélation. Ce rapport est supérieur à 1 compris entre 1 et 1.8. Ce résultat est en accord avec celui obtenu par P. SALÉ sur des muscles de bovin (sterno mandibularis et diaphragma) [10][11] : rapport variant de 1.4 à 2.7 à la fréquence 2 kHz pour des températures de congélation comprise entre -6 et -60°C.

L'analyse plus précise des spectres  $\epsilon'_{\perp}$  et  $\sigma'_{\perp}$  dans la bande de fréquences 10 Hz - 10 MHz montre :

- avant la congélation, deux points d'inflexion  $M_1$  et  $M_2$  sur  $\epsilon'_{\perp}$  correspondant aux amorces  $N_1$  et  $N_2$  de deux paliers sur  $\sigma'_{\perp}$
- après la congélation, un seul point d'inflexion  $M_3$  sur  $\epsilon'_{\perp}$  correspondant à l'amorce  $N_3$  du palier sur  $\sigma'_{\perp}$

Ces points d'inflexion et amorces de palier sont caractéristiques de l'existence de :

- deux domaines de relaxation centrés à 3 kHz et 2 MHz avant la congélation

---

(1) 
$$\sigma_{\perp} = \sigma'_{\perp} + j\sigma''_{\perp} = j\omega\epsilon_0 \epsilon_{\perp} = j\omega\epsilon_0 (\epsilon'_{\perp} - j\epsilon''_{\perp})$$

$$\sigma'_{\perp} = \omega\epsilon_0 \epsilon''_{\perp}$$

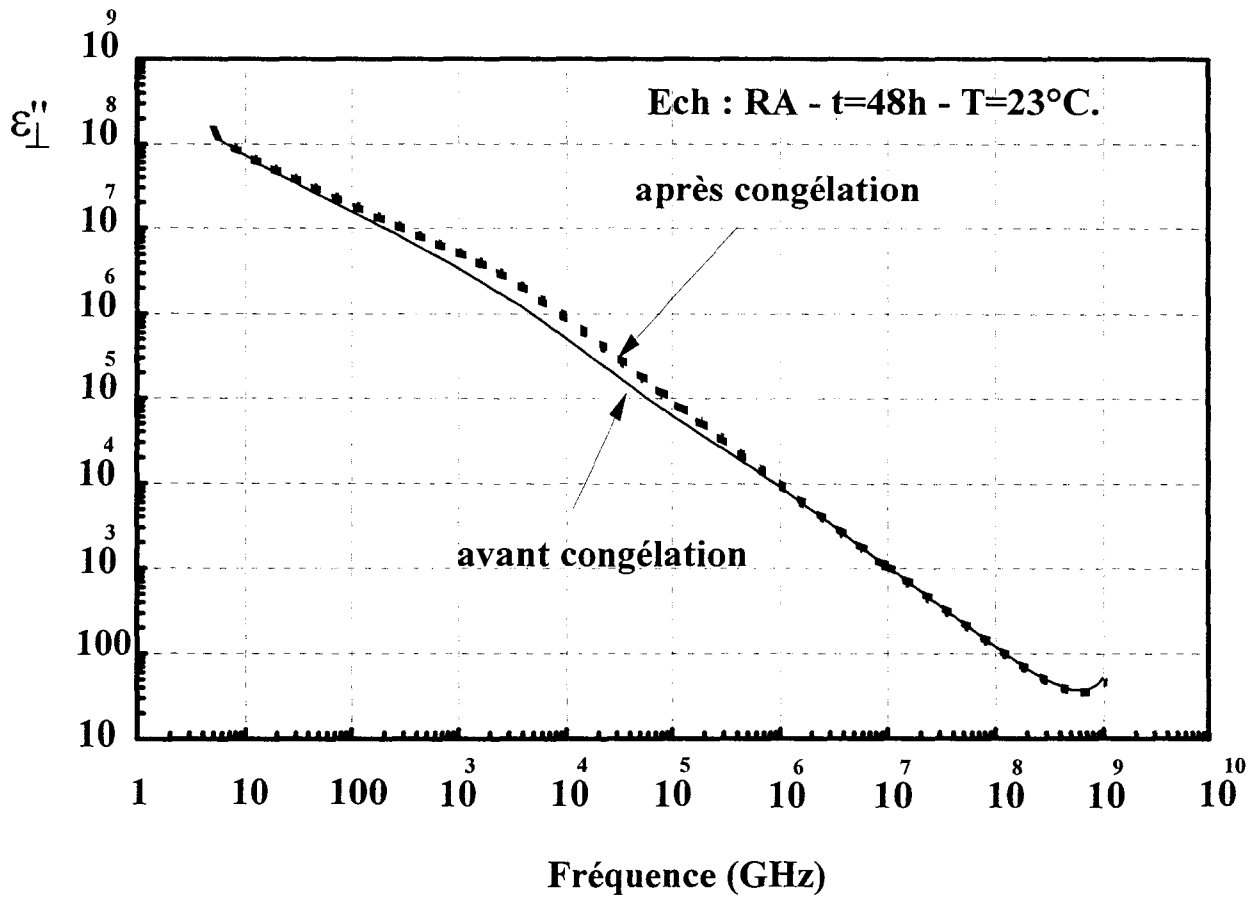
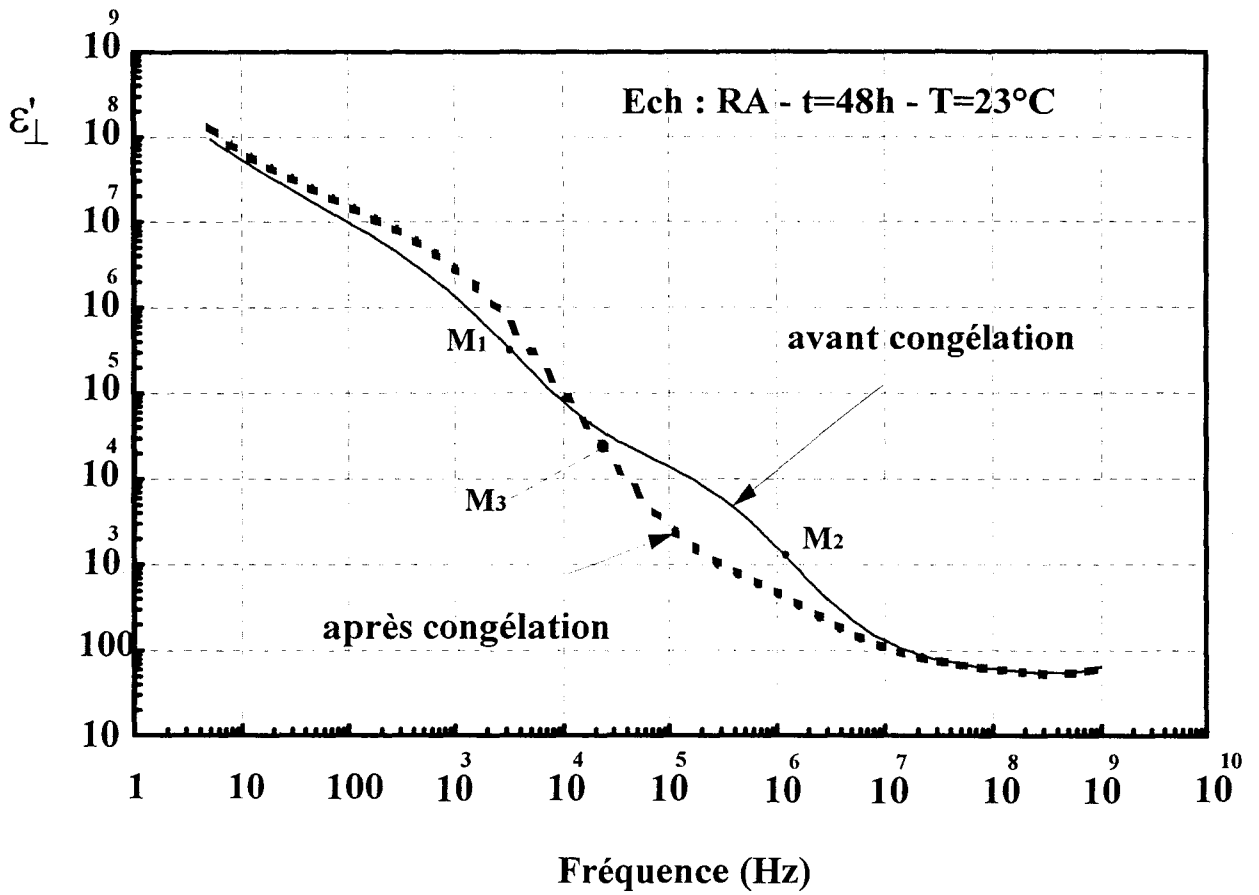


Figure III-13 : Etude de l'effet des cycles thermiques congélation-décongélation sur le muscle RA.

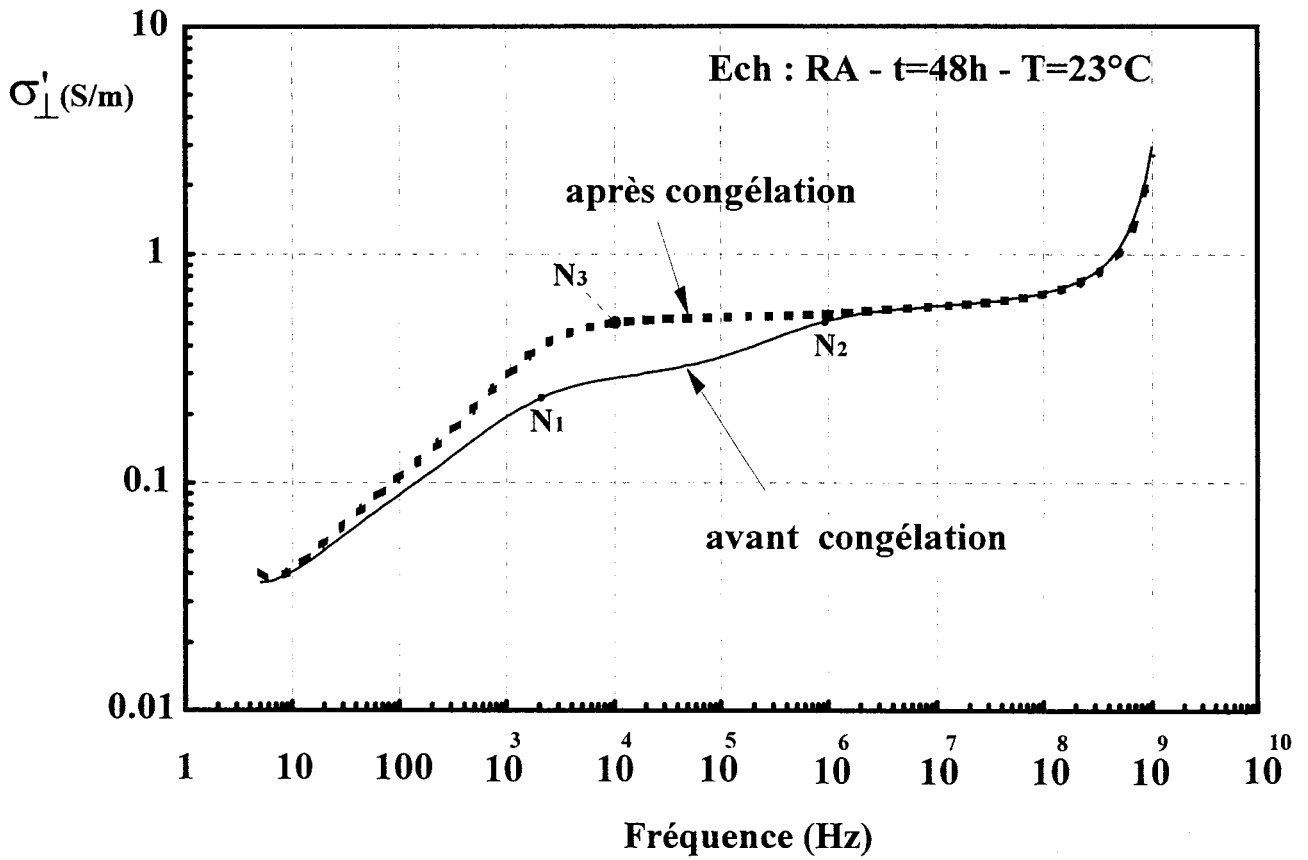


Figure III-14 : Etude de l'effet de la congélation-décongélation sur la conductivité du muscle.

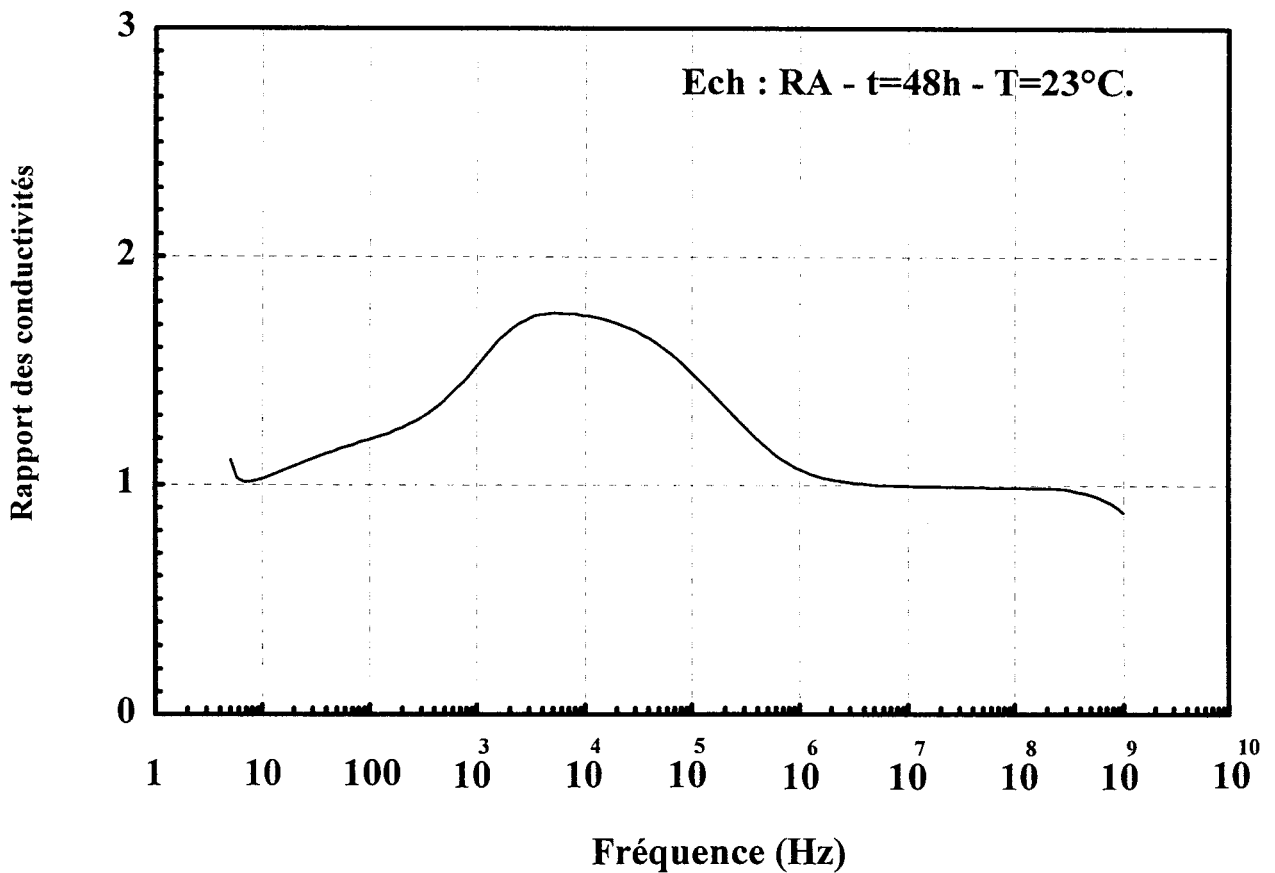


Figure III-15 : Effet de la congélation-décongélation sur les rapports des conductivités.



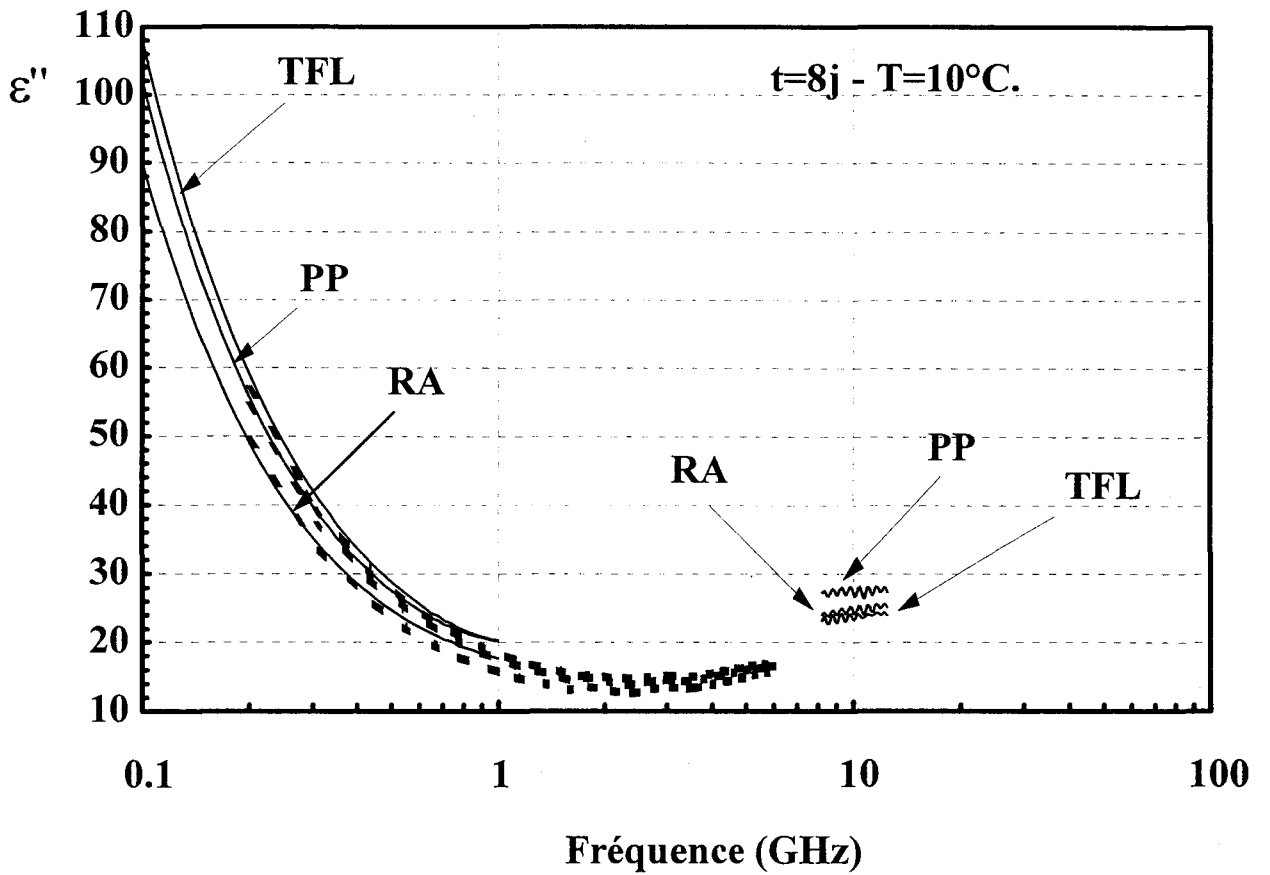
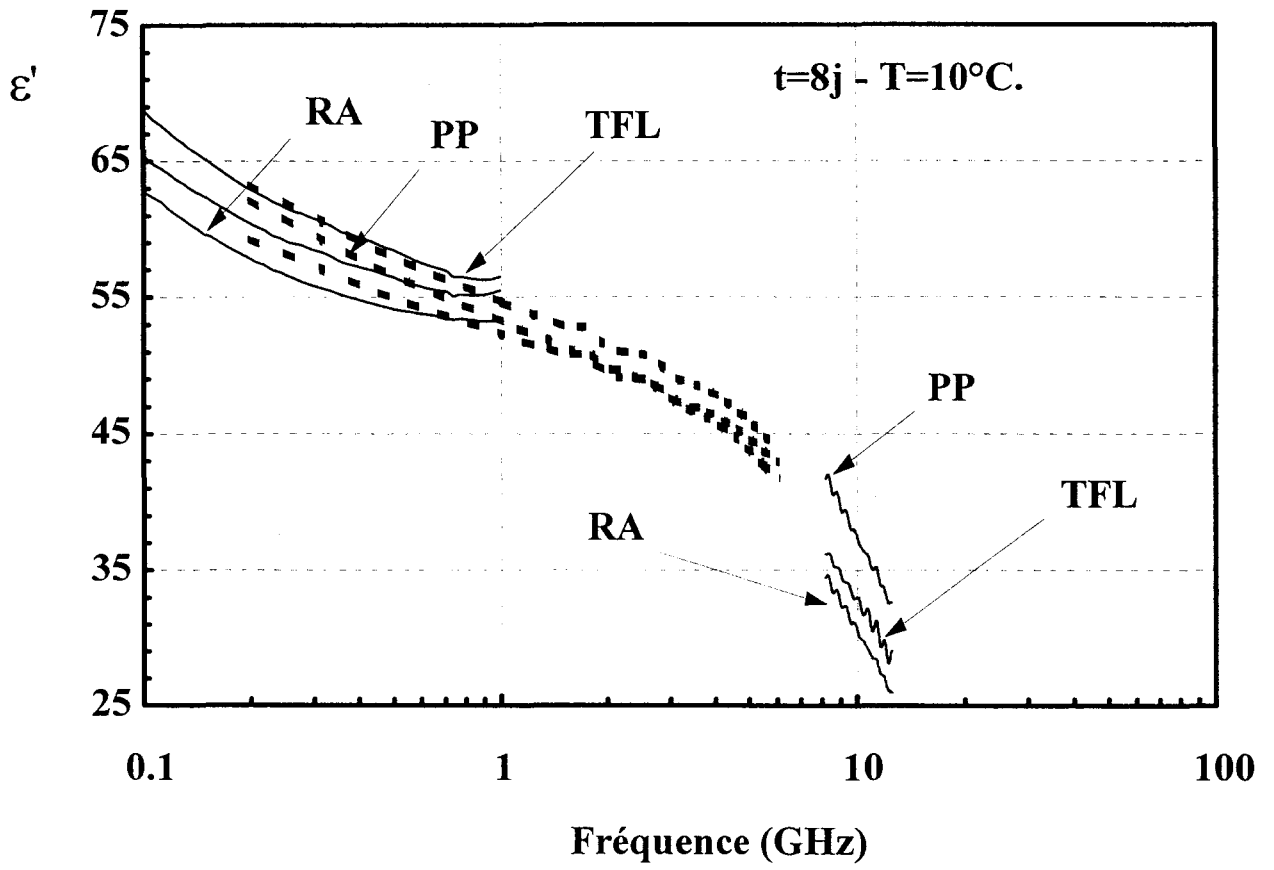


Figure III-16 : Etude de la tenue mécanique des muscles.

- d'un seul domaine centré à 20 kHz après la congélation.

Ces domaines de type Maxwell-Wagner donc de polarisation interfaciale sont liés à l'existence d'interfaces dans la structure du tissu de deux types avant la congélation et d'un seul type après la congélation de l'échantillon. On peut supposer que lors de la congélation, l'augmentation de volume de l'eau libre cristallisée dans le tissu casse des "microstructures" à l'origine des domaines de relaxation observés avant congélation. Après congélation, on ne voit plus qu'un domaine lié à des "macrostructures" où la mobilité des porteurs de charge est plus grande comme l'indique P. SALÉ.

Cette étude trop succincte parce qu'en marge de l'objectif de cette thèse, a conduit néanmoins à quelques résultats nouveaux, précisant ceux déjà obtenus par P. SALÉ à partir seulement de trois fréquences différentes. Elle mériterait d'être complétée, en particulier en étendant les mesures aux hautes fréquences pour observer également le domaine de l'eau et en collaborant avec des spécialistes des tissus biologiques.

Par la suite, bien entendu, les spectres présentés sont relevés sur des échantillons n'ayant pas subi de cycles thermiques.

### **III-7 Comparaison des différents tissus**

#### **III-7-1 Comparaison de muscles de tenues mécaniques différentes**

A partir des résultats précédents, nous pouvons comparer la permittivité complexe des muscles de tenue mécanique différente. Ces résultats sont reportés figure III-16 et III-17 pour des muscles de temps post mortem  $t=8$  j et  $t=48$  h. Nous constatons que la tenue mécanique a peu d'influence sur la permittivité complexe dans toute la gamme de fréquences. La méthode diélectrique ne permet pas de différencier les muscles en fonction de leur tenue mécanique.

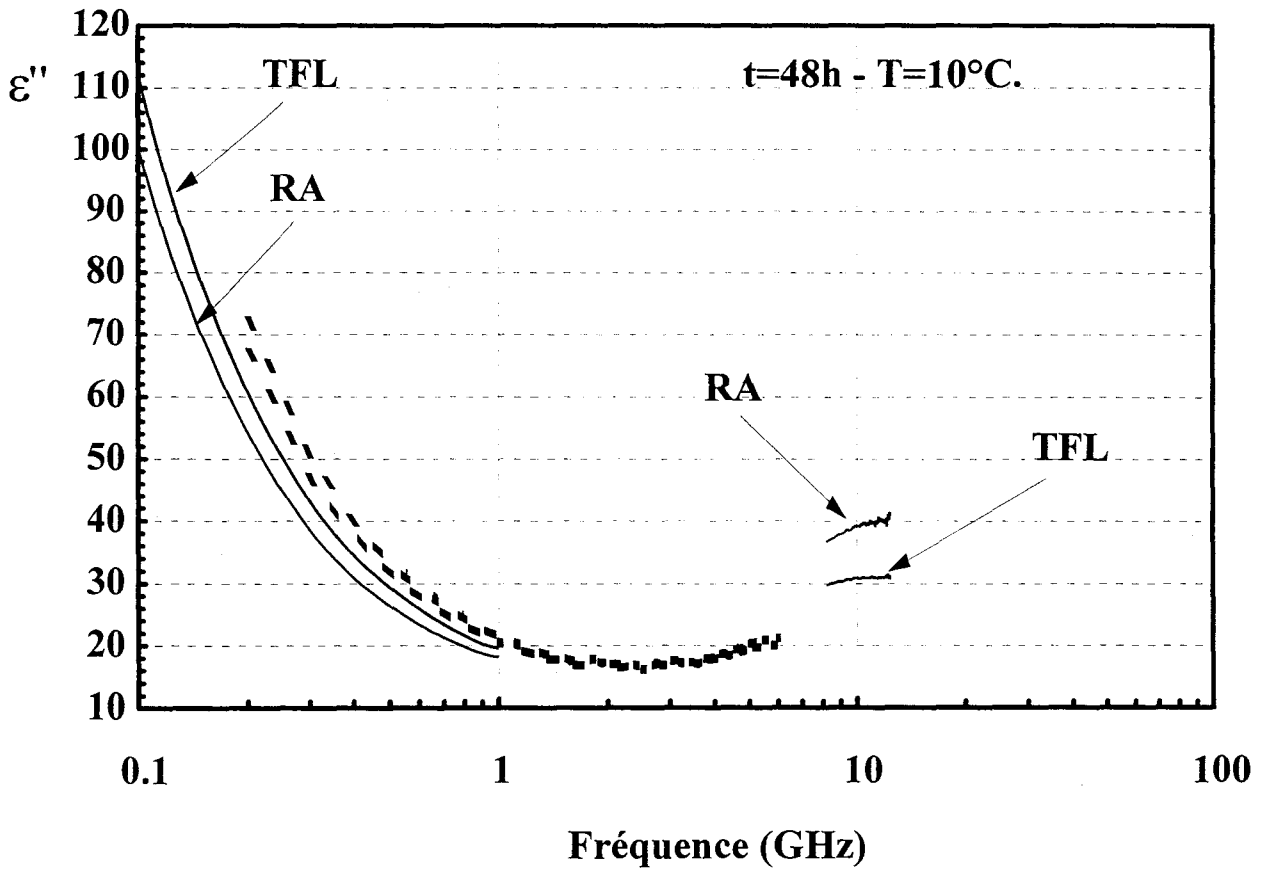
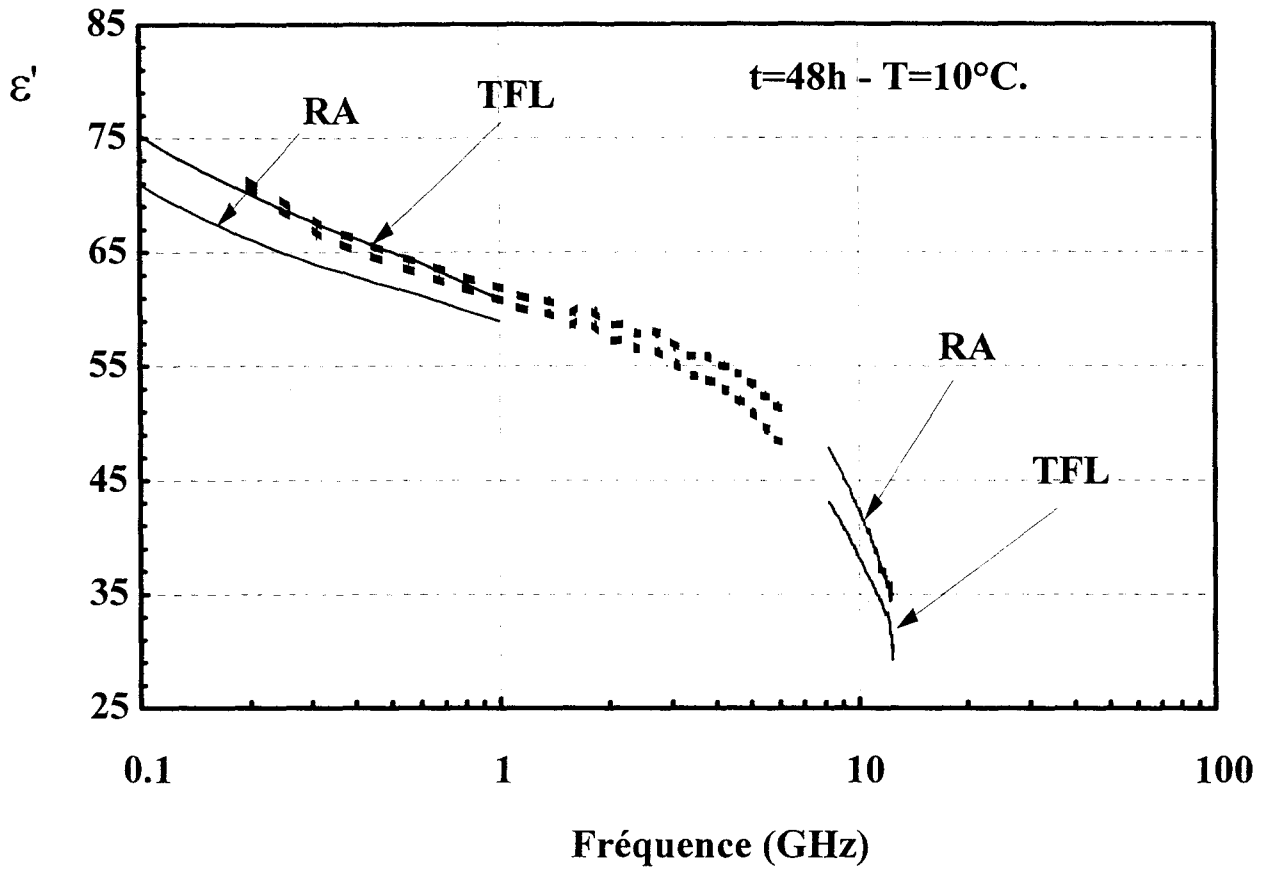


Figure III-17 : Etude de la tenue mécanique des muscles.

### III-7-2 Etude de tissus de différentes natures

Les permittivités des différents tissus étudiés sont rassemblées et comparées sur la figure III-18. Les différents tissus présentés sont :

- le muscle RA
- le tissu conjonctif du muscle RA (TCRA)
- le gras de rognons (GR)
- le tendon (TD)

Pour compléter cette étude, nous avons reporté également sur la figure III-18 les résultats concernant l'os trouvés tirés de la littérature [12].

Les résultats montrent un bon recouplement en  $\epsilon'$  (inférieur à 5 %) des mesures effectuées à l'I.E.M.N (traits continus) et à l'I.N.R.A (traits discontinus) sur les muscles TFL et le gras de rognons GR. Il est moins bon sur  $\epsilon''$  pour l'échantillon TFL en basses fréquences (< 1 GHz) à cause, probablement, d'effets liés à l'eau. Pour les tissus TCRA et TD, une seule technique de mesure a été utilisée. En effet, la sonde n'est pas adaptée à des tissus de faible épaisseur tel que le TCRA et la cellule coaxiale exige une découpe d'échantillon difficilement réalisable avec le tendon (TD).

De cette étude, il ressort que les permittivités sont très différentes d'un tissu à l'autre. Les différents tissus d'une carcasse de bovin peuvent donc être différenciés à partir de la mesure de la permittivité complexe et plus particulièrement de la permittivité réelle  $\epsilon'$ . Pour ne pas être perturbée par les mécanismes de type Maxwell Wagner d'une part et le domaine de relaxation de l'eau d'autre part, il est préférable d'effectuer cette mesure dans la bande de fréquences 500 MHz à quelques GHz. L'existence de cette "fenêtre" de fréquences en  $\epsilon'$  a été montrée par ailleurs sur d'autres matériaux à différentes teneurs en eau [13]. Le capteur de reconnaissance doit, par conséquent, fonctionner dans cette bande de fréquences.

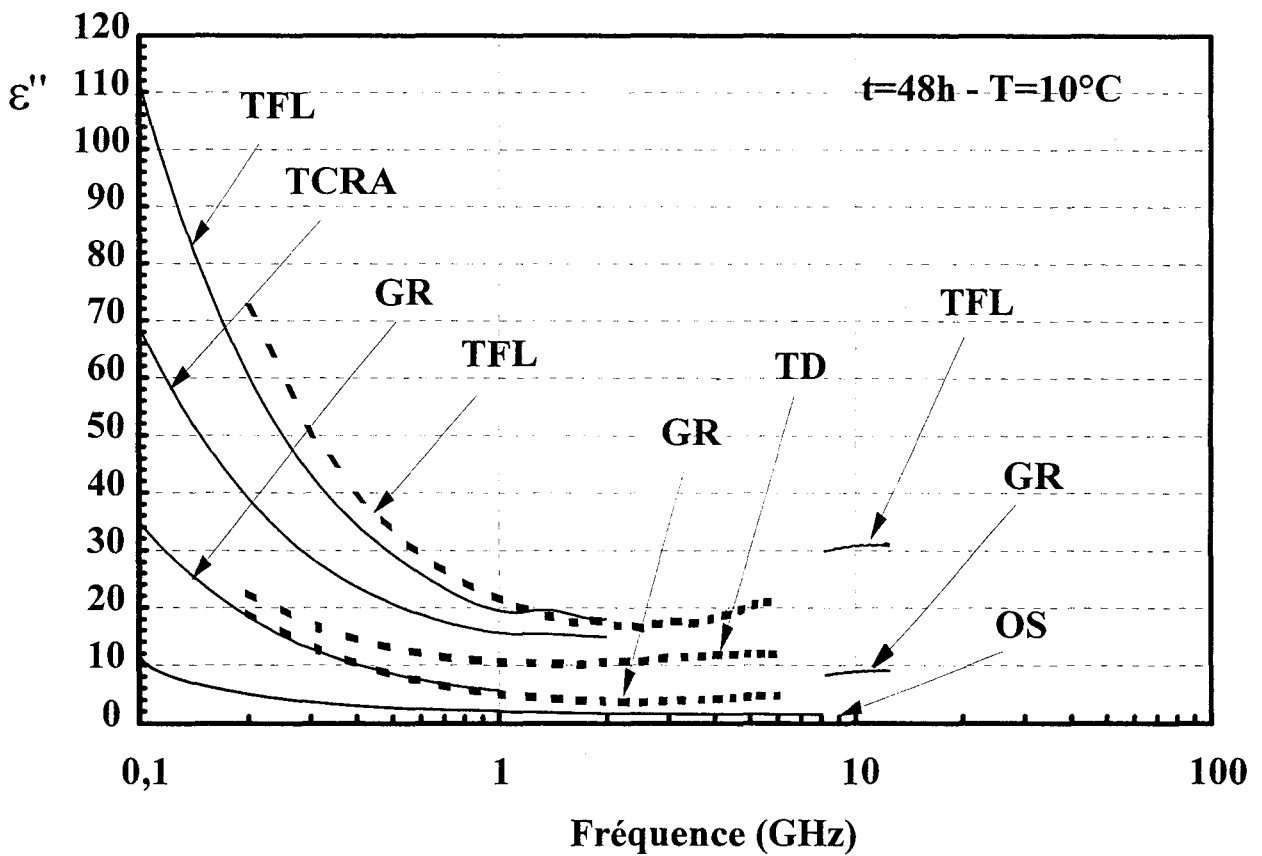
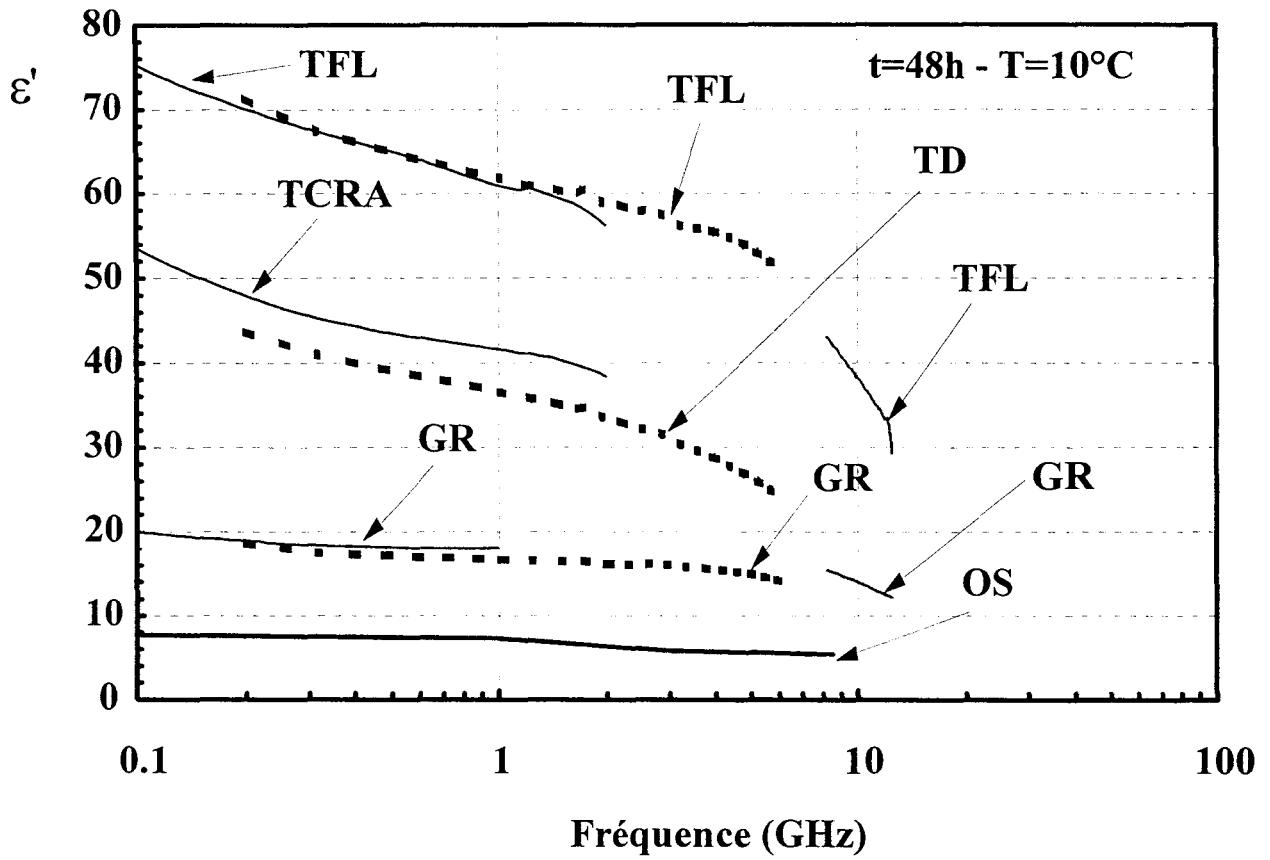


Figure III-18 : Etude des différents tissus.

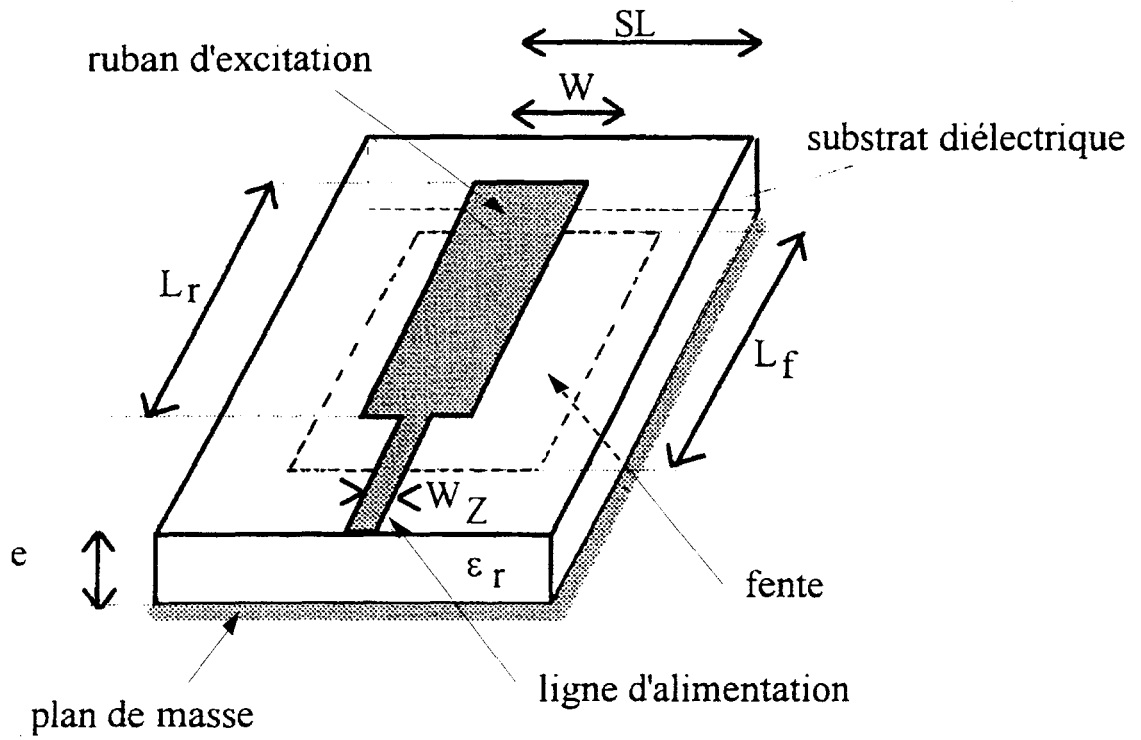


Figure III-19 : Antenne de type fente

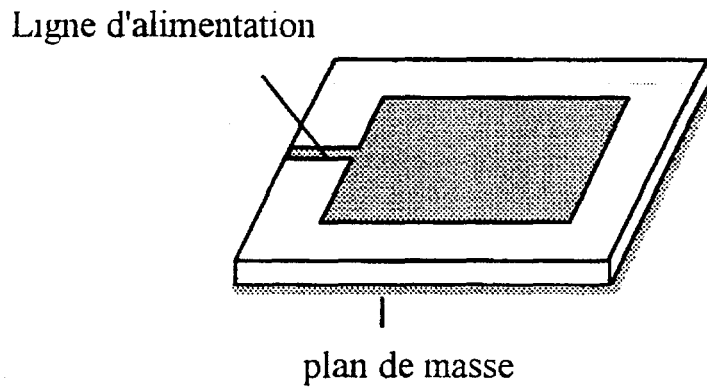
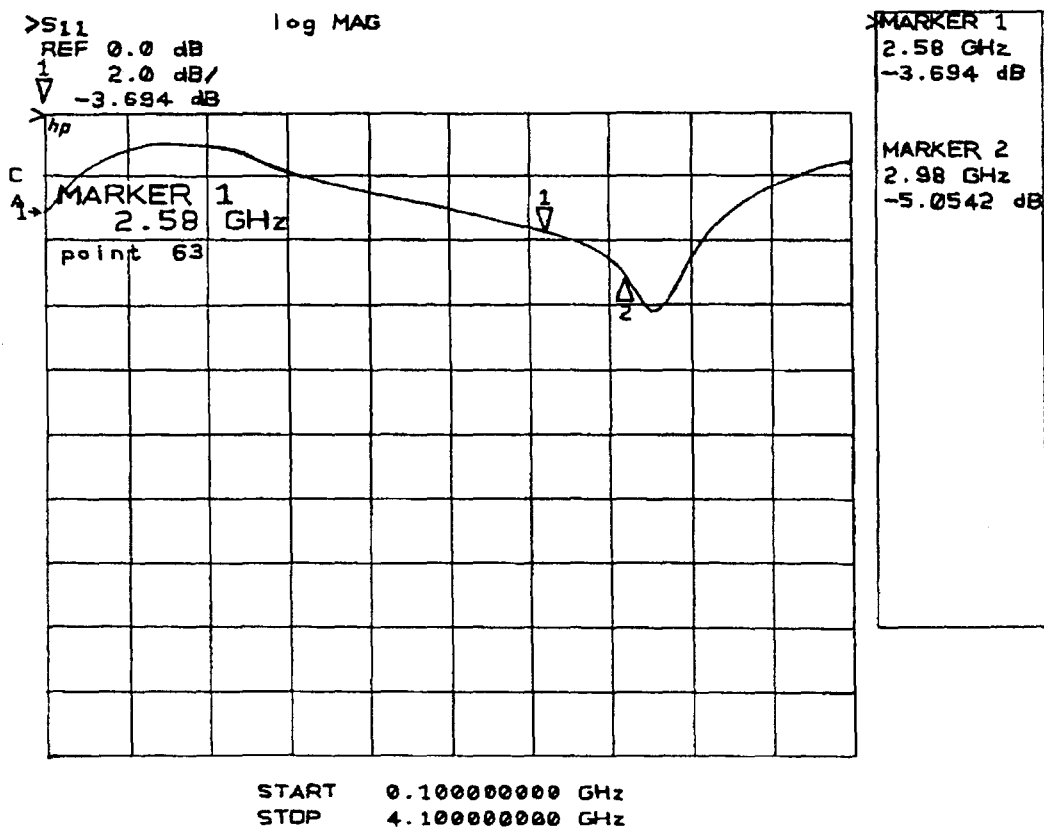
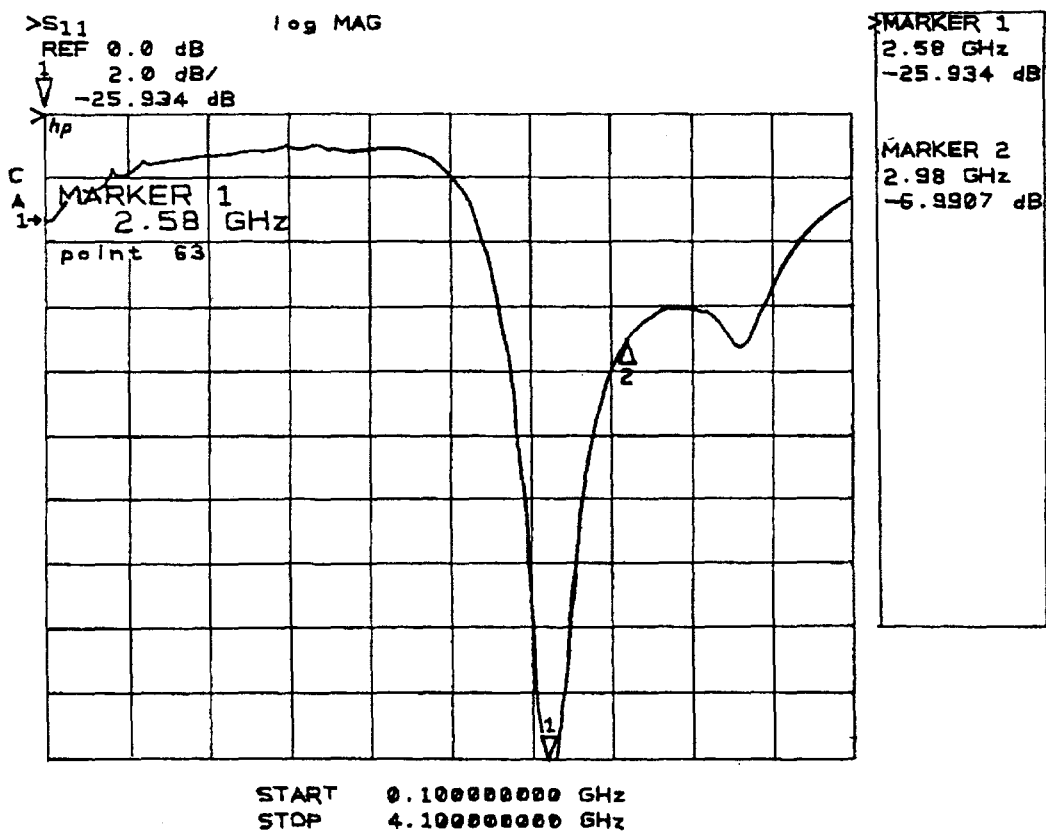


Figure III-20 : Antenne de type patch



a)



b)

Figure III-21 : Evolution fréquentielle du module du coefficient de réflexion dans le plan d'un applicateur de type fente placé : a) sur de la graisse b) sur du muscle

### **III-8 Faisabilité d'un capteur de reconnaissance**

Parmi les différentes structures envisageables pour la réalisation d'un capteur permettant la distinction de différents tissus et notamment le tissu conjonctif et le muscle, l'équipe "Circuits et Appicateurs" du Professeur M. CHIVÉ a réalisé plusieurs systèmes [14] :

- un premier basé sur l'utilisation d'une antenne câble coaxial
- deux autres basés sur l'utilisation d'antennes à structure planaire : antennes de type fente et patch (figures III-19 et III-20).

Ces antennes ont été choisies de manière à être intégrées dans l'outil de découpe. Leurs caractéristiques sont déterminées à partir de logiciels spécialisés afin d'obtenir une bonne adaptation électromagnétique (module du coefficient de réflexion  $|S_{11}| < -10$  dB sur une faible bande de fréquences) lorsque le capteur est placé en contact du matériau de référence choisi (graisse ou muscle). La nature du tissu peut être déterminée par la mesure du module du coefficient de réflexion  $|S_{11}|$  ou de l'impédance d'entrée du capteur.

Nous donnons figure III-21 un exemple de résultats dans la gamme de fréquences 100 MHz - 4.1 GHz. L'appicateur a été calculé pour une bonne adaptation sur le muscle, d'où un coefficient de réflexion de - 25 dB à 2.58 GHz. Le même applicateur donne sur la graisse un coefficient de réflexion de - 3.7 dB à la même fréquence. Ces résultats montrent que, comme le laissent prévoir les résultats de l'étude diélectrique, la distinction des différents tissus est possible.

Néanmoins, des problèmes de reproductibilité des mesures sont apparues liées à la présence de lames d'air ou de liquide à l'interface tissu-capteur et aux variations de la pression d'application du capteur. De plus, les mesures ont mis en évidence des difficultés d'interprétation dans le cas d'un muscle recouvert d'une couche de tissu conjonctif. Des études complémentaires sont poursuivies pour essayer d'éliminer ces inconvénients.



# **BIBLIOGRAPHIE**

## **Chapitre III**

- [1] J. L. DAMEZ:  
" Capteurs hyperfréquences et outils intelligents pour l'automatisation dans la filière viande "  
Rapport final M.E.S.R. 92.G.0408, pp 1 - 45.
- [2] P. TOURNAYRE, J. L. DAMEZ:  
" Mesures non destructives des propriétés diélectriques de tissus biologiques au moyen de sondes coaxiales hyperfréquences"  
11<sup>èmes</sup> Journées de la mesure, Recueil des communications, Clermont-Ferrand,  
Octobre 1992, 1- 43 1-45.
- [3] J. L. DAMEZ:  
" Preliminary probe measurements of dielectric properties in biological tissues at microwave frequencies "  
Proceedings of the 38th ICOMST, 6, Clermont-Ferrand, Août 1992, pp 1191-1194.
- [4] M. M. BRADY, S. A. SYMONS, S. S. STUCHLY:  
" Dielectric Behavior of Selected Animal Tissues in Vitro at Frequencies from 2 to 4 GHz "  
IEEE Trans on Biomedical Engineering, vol BME-28, n°3, March 1981, pp 305 - 307.
- [5] A. NYSHADHAM, C. L. SIBBALD, S. S. STUCHLY:  
" Permittivity Measurements Using Open-Ended Sensors and Reference Liquid Calibration - An Uncertainty Analysis "  
IEEE Transactions on MTT, vol 40, n°2, February 1992, pp 305 - 314.
- [6] " Spécifications des performances de la sonde coaxiale HP 85070A "  
Notice technique Hewlett Packard.

- [7] D. BLACKHAM:  
" Use of network analyzer and coaxial probe to determine complex permittivity "  
Mat. Res. Soc. Symp. Proc, vol. 189, Materials Research Society, 1991, pp 123 - 128.
- [8] A. CHAPOTON, J. J. BONTE, E. PLAYEZ, J. P. PARNEIX:  
" Sur les propriétés électriques de divers échantillons "étalons" avec ou sans pertes "  
Rapport de contrat Institut Français du Pétrole, Avril 1989.
- [9] J. HINOJOSA:  
" Contribution à la caractérisation de matériaux à partir de lignes plaquées -  
Application à l'étude de nouveaux matériaux "  
Thèse d'Université, Lille, Mai 1995.
- [10] P. SALÉ:  
" Augmentation de la conductivité électrique des viandes consécutive au processus de  
congélation décongélation. "  
C. R. Acad. Sci., PARIS, 269, Série D, 1969, pp 2136-2139.
- [11] J. CHARPENTIER, R. GOUTEFONGEA, P. SALÉ, A. THOMASSET:  
" La discrimination des viandes fraîches et congelées par mesures d'impédance à deux  
fréquences "  
Ann. Biol. anim. Bioch. Biophys., 1972, 12 (1), pp 173-178.
- [12] M. A. STUCHLY, S. S. STUCHLY:  
" Dielectric Properties of Biological Substances - Tabulated. "  
Journal of Microwave Power, 15 (1), 1980, pp 19-26.

- [13] A. CHAPOTON, A. LEBRUN, F. WATTRELOT:  
" Dispositifs de mesure 'in situ' de l'humidité des sols utilisant les propriétés électriques de l'eau dans la bande des radiofréquences et micro-ondes "  
11<sup>ème</sup> Coll. int. Signatures spectrales d'objets en télédétection, Publ., 1984, n°23, Les Colloques de l'I.N.R.A, Bordeaux, 12 - 16 Septembre 1983.
- [14] A. BOUGHRIET, C. LEGRAND, A. CHAPOTON  
V. SAGOT, L. DUBOIS, J. J. FABRE, M. CHIVE:  
" Mesures diélectriques sur des tissus biologiques de carcasse de bovin - rapport concernant la faisabilité d'un capteur permettant la distinction entre tissu conjonctif et muscle "  
Rapport de contrat M.R.E. (I.N.R.A), Décembre 1994.

## *CHAPITRE IV*

**Chapitre IV**  
**Caractérisation diélectrique de polymères thermoplastiques**  
**dans la gamme de température 20 - 200 °C**

**IV-1 Introduction**

Dans ce chapitre, nous présentons une deuxième application des techniques de caractérisation décrites aux chapitres I et II. Il s'agit de l'étude des propriétés diélectriques à larges gammes de fréquences et de températures de polymères thermoplastiques. Cette étude a été effectuée en collaboration avec le Département "Polymères et Composites" de l'école des Mines de Douai et l'équipe "Circuits et Appicateurs" du D.H.S. Les résultats obtenus sont utilisés pour la réalisation d'un système radiothermométrique micro-ondes pour la mesure de profils de température au sein d'un polymère en cours de transformation [1].

## **IV-2 Objectifs de l'étude**

Actuellement, mesurer la température d'un matériau constitue l'une des phases les plus importantes de tout processus industriel. Le secteur de la transformation des polymères est à la recherche de moyens d'optimisation des processus reposant sur la mesure et le contrôle de la température. En effet, le contrôle de ce paramètre permet d'améliorer la qualité des produits, de diminuer les rebuts et par conséquent les coûts. A ce jour, la mesure du gradient thermique au sein d'un polymère n'est pas toujours possible. Les techniques existantes sont basées sur l'utilisation de thermocouples, de systèmes à fibres optiques ou de dispositifs à réception infrarouges. Les systèmes utilisant les thermocouples ou les fibres optiques ne permettent qu'une mesure ponctuelle de la température et perturbent sensiblement les écoulements étudiés [1]. La mesure de l'énergie infrarouge rayonnée ne donne des informations que sur la température de surface [1][2].

Afin de répondre à ce besoin, le Département "Polymères et Composites" de l'école des Mines de Douai a initialisé une étude originale concernant l'utilisation de la radiométrie micro-ondes pour la mesure de profils thermiques au sein d'un polymère en cours de transformation [3]. En effet, la radiométrie micro-ondes est basée sur la mesure de l'énergie rayonnée par un corps dans la gamme des micro-ondes et permet une mesure de la température en volume et sans contact [4]. De plus, des systèmes radiométriques sont commercialisés et utilisés depuis plusieurs années dans le domaine médical pour la cartographie thermique et la détection des tumeurs [5]-[7].

Cette étude a été effectuée en collaboration avec, d'une part, l'équipe "Circuits et Appicateurs" du D.H.S. pour la réalisation d'antennes adaptées aux polymères et, d'autre part, l'équipe "Nouveaux Matériaux" pour des études diélectriques. En effet, la réalisation d'un tel dispositif nécessite de connaître la permittivité complexe des polymères dans la gamme des micro-ondes au voisinage de la fréquence de fonctionnement du radiomètre (3.6 GHz) et à des températures voisines de celles utilisées pour leur transformation (jusque 200°C).

Les études diélectriques font l'objet de ce chapitre. Elles concernent différents polymères thermoplastiques utilisés dans le domaine de l'extrusion. Afin de mieux

comprendre et de compléter les résultats obtenus dans la gamme des micro-ondes, une caractérisation à larges gammes de fréquences (1 kHz - 1 GHz) et de températures de deux polymères a également été effectuée.

Nous présentons successivement les techniques expérimentales, les études à larges gammes de fréquences et de températures et en fonction du taux de plastification du polychlorure de vinyle, une comparaison de la permittivité complexe de différents polymères dans la gamme des micro-ondes et concluons sur la faisabilité du système radiométrique.

### **IV-3 Les techniques expérimentales**

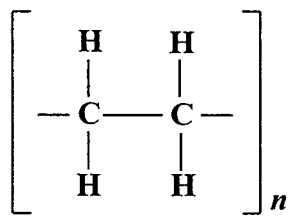
Parmi les différentes cellules décrites dans les chapitres précédents, pour la caractérisation des polymères thermoplastiques, nous avons retenu les cellules suivantes :

- la cellule coaxiale circuit-ouvert de standard APC7mm (cf. § I-2-2-b). Cette cellule a été utilisée dans la gamme de fréquences 5 Hz - 8 GHz. Pour l'étude diélectrique du plastifiant, un mica a été placé dans le plan d'entrée de la cellule pour assurer l'étanchéité.

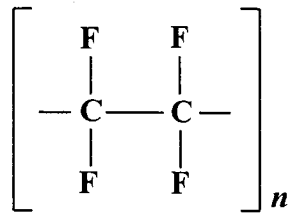
- la cellule coaxiale réflexion/transmission de standard APC7mm (cf. § II-2-2-a). Cette cellule a été utilisée dans la gamme de fréquences 100 MHz - 18 GHz et a permis de confirmer les résultats obtenus avec la cellule précédente dans la gamme des micro-ondes. Les polymères étant des matériaux diélectriques pour le calcul de la permittivité complexe nous avons utilisé la nouvelle méthode non itérative (cf. § II-4-4).

Ces cellules étant équipées de transitions thermiques en acier inoxydable, les mesures ont pu être effectuées dans la gamme de température s'étendant de l'ambiante à 200°C. Les échantillons ont été obtenus par usinage en prenant soin de minimiser les interstices d'air entre l'échantillon et le conducteur central de la cellule. Ces derniers représentent, en effet, l'inconvénient principal des cellules coaxiales. Etant données les propriétés thermiques et

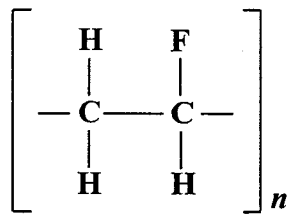




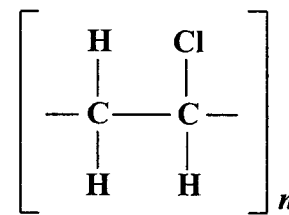
a) polyéthylène



b) polytétrafluoréthylène



c) polyfluoréthylène



d) polychlorure de vinyle

Figure IV-1 : Exemples de polymères non polaires (a,b) et polaires (c,d).

mécaniques des polymères, on peut s'attendre à une influence négligeable de ces derniers sur les grandeurs mesurées.

#### **IV-4 Rappels sur les propriétés diélectriques des polymères**

Suivant leur structure chimique et du point de vue de leurs propriétés diélectriques, les polymères peuvent être classés en deux catégories : les polymères non polaires et les polymères polaires [8].

Les polymères non polaires sont constitués de motifs monomères de structure symétrique (cf. figures IV-1a et b). A titre d'exemple, nous pouvons citer : le polyéthylène, le polytétrafluoréthylène et le polystyrène. Dans ce cas, le moment dipolaire résultant d'un motif monomère est nul. Les seules contributions à la permittivité complexe dans ces matériaux sont donc les polarisations électronique et atomique. Ils présentent une permittivité et un angle de pertes faibles ( $2 \leq \epsilon' \leq 3$  et  $\text{tg}\delta < 10^{-3}$ ) peu dépendants de la fréquence et de la température. Ils sont considérés comme de très bons isolants.

Par contre, les polymères polaires ont des motifs monomères de structure dissymétrique et possèdent des atomes électronégatifs tels que le chlore, le fluor, l'oxygène et l'azote qui fournissent des dipôles (figures IV-1c et d). Le polyfluoréthylène, le polychlorure de vinyle et les polyesters, par exemple, appartiennent à ce groupe. Le moment dipolaire résultant d'un motif monomère étant non nul, il s'ajoute une contribution de polarisation d'orientation à la permittivité. Les polymères polaires présentent par rapport aux polymères non polaires des permittivités réelles (3.5 à 10) et des angles de pertes ( $10^{-2}$  à 10) relativement élevés [9]. Ces valeurs ont une forte dépendance en fonction de la fréquence et de la température. Des études diélectriques ont montré l'existence de plusieurs pics d'absorption [8]-[12] liés à différents mécanismes de relaxation :

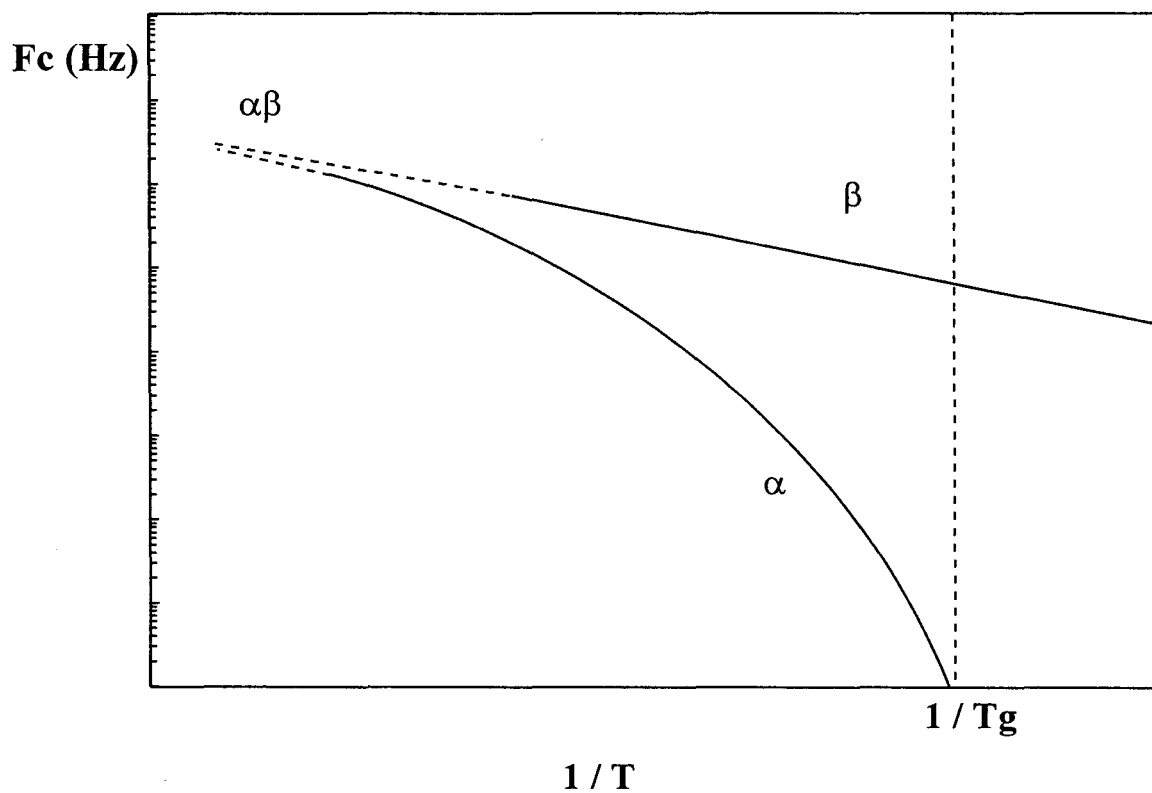


Figure IV-2 : Evolution en fonction de l'inverse de la température de la fréquence critique des mécanismes  $\alpha$  et  $\beta$ .

- le mécanisme  $\alpha$  qui apparaît au dessus de la température de transition vitreuse. Ce mécanisme est dû aux mouvements microbrowniens de segments de chaînes principales amorphes [13].

- le mécanisme de relaxation  $\beta$  lié aux mouvements locaux d'orientation des dipôles élémentaires. Ce mécanisme est observé dans les phases gelée et viscoélastique.

D'autres mécanismes appelés mécanismes de relaxation  $\gamma$ , ... similaires au mécanisme  $\beta$  peuvent apparaître à des fréquences plus élevées. Les évolutions de la fréquence critique de ces mécanismes en fonction de l'inverse de la température sont rappelées figure IV-2. La loi de variation du mécanisme  $\beta$  est linéaire (loi d'Arrhénius) et ce mécanisme est thermiquement activé :

$$F_{c\beta} \propto \exp\left(-\frac{W}{kT}\right) \quad (\text{IV-1})$$

où  $W$  représente l'énergie d'activation du mécanisme.

Par contre, l'énergie d'activation du mécanisme  $\alpha$  augmente lorsque la température diminue (loi non linéaire). Ceci montre que le mécanisme  $\alpha$  résulte de mouvements coopératifs. Williams, Landel et Ferry (W.L.F.) ont développé une théorie pour décrire l'évolution de la fréquence critique du mécanisme  $\alpha$  avec la température [14]. Le modèle conduit à l'expression suivante de la fréquence critique :

$$F_{c\alpha} = F_c(T_g) e^{\frac{-C_1(T-T_g)}{C_2+(T-T_g)}} \quad (\text{IV-2})$$

où  $F_c(T_g)$  est la fréquence critique à la température de transition vitreuse  $T_g$  et  $C_1$  et  $C_2$  sont deux constantes.

Nom chimique	Formule chimique	T <sub>g</sub> (température de transition vitreuse)
Polychlorure de Vinyle (PVC)	$\left[ \begin{array}{c} \text{H} \quad \text{Cl} \\   \quad   \\ -\text{C}-\text{C}- \\   \quad   \\ \text{H} \quad \text{H} \end{array} \right]_n \sim 1.6 - 2 \text{ D.}$	T <sub>g</sub> ≅ 80° C
Polyuréthane (TPU) (élastomère thermoplastique)	$\left[ -\text{R}-\text{NH}-\underset{\text{O}}{\underset{  }{\text{C}}}-\text{O}-\text{R}'- \right]_n \sim 1.9 \text{ D.}$	
Acrylonitrile Butadiène Styène (ABS)	$\left[ -\text{CH}_2-\underset{\text{C}}{\underset{   }{\text{N}}}-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-\underset{2}{\text{CH}}-\underset{\phi}{\text{CH}}- \right]_n \sim 4 \text{ D.}$	T <sub>g</sub> ≅ 95 – 110° C
Polyméthyle métacrylate (PMMA)	$\left[ \begin{array}{c} \text{H} \\   \\ -\text{C}-\text{C}- \\   \quad   \\ \text{H} \quad \text{CH}_3 \end{array} \right]_n$ <p style="text-align: center;"> <math>\sim 1.9 \text{ D.}</math> (pointing to the carbonyl oxygen)  <math>\sim 1.8 \text{ D.}</math> (pointing to the ester oxygen)  <math>\text{CH}_3</math> (pointing to the methyl group) </p>	T <sub>g</sub> ≅ 105° C
Polychlorure de Vinyle plastifié (PVCP)	Taux de plastification :30 % matériau extrudé 20 à 60 % matériau en mélange Plastifiant : Phtalate de Dioctyle	T <sub>g</sub> diminue en fonction du taux de plastification.
Plastifiant : Phtalate de Dioctyle	$\text{RO}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{C}_6\text{H}_4-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}_2\text{H}_5$ <p style="text-align: center;"> <math>\sim 1.9 \text{ D.}</math> (pointing to the carbonyl oxygen)  <math>\sim 1.9 \text{ D.}</math> (pointing to the ester oxygen)  <math>\text{C}_2\text{H}_5</math> (pointing to the ethyl group)  <math>\text{C}_5\text{H}_{11}</math> (pointing to the pentyl group)  <math>\sim 0.4 \text{ D.}</math> (pointing to the pentyl group) </p>	

Tableau IV-1 : Tableau récapitulatif des différents matériaux étudiés.

A hautes températures, les fréquences critiques des deux mécanismes  $\alpha$  et  $\beta$  peuvent se superposer. La relaxation est alors nommée relaxation  $\alpha\beta$ .

### **IV-5 Polymères étudiés**

Dans le tableau IV-1, nous donnons la structure chimique des différents polymères étudiés ainsi que leur température de transition vitreuse. Ces polymères sont utilisés dans le domaine de l'extrusion. Pour faciliter les mesures radiothermométriques micro-ondes, ils ont été choisis parmi la famille des matériaux polaires. Les différents groupements polaires des motifs monomères sont reportés dans le tableau IV-1.

La plastification d'un polymère consiste à ajouter dans la matrice des matériaux de faible poids moléculaire (appelés plastifiants) afin d'augmenter leur flexibilité à température ambiante. Il était intéressant d'étudier l'influence de la plastification sur les propriétés diélectriques d'un polymère. Aussi, nous avons également caractérisé le polychlorure de vinyle plastifié (PVCP). Le plastifiant que nous avons utilisé est le phtalate de dioctyle (tableau IV-1). Deux types d'échantillons ont été étudiés : le PVCP extrudé avec un taux de plastification de 30% et différents PVCP obtenus par mélange. Les échantillons sont alors réalisés à partir d'un mélange de PVC sous forme pulvérulente et du plastifiant dans les proportions souhaitées puis polymérisation en étuve à 110°C. Nous avons fait varier le taux de plastification de 20% et 60% (dans notre cas, le taux de plastification représente la proportion de plastifiant par rapport à la masse totale du mélange).

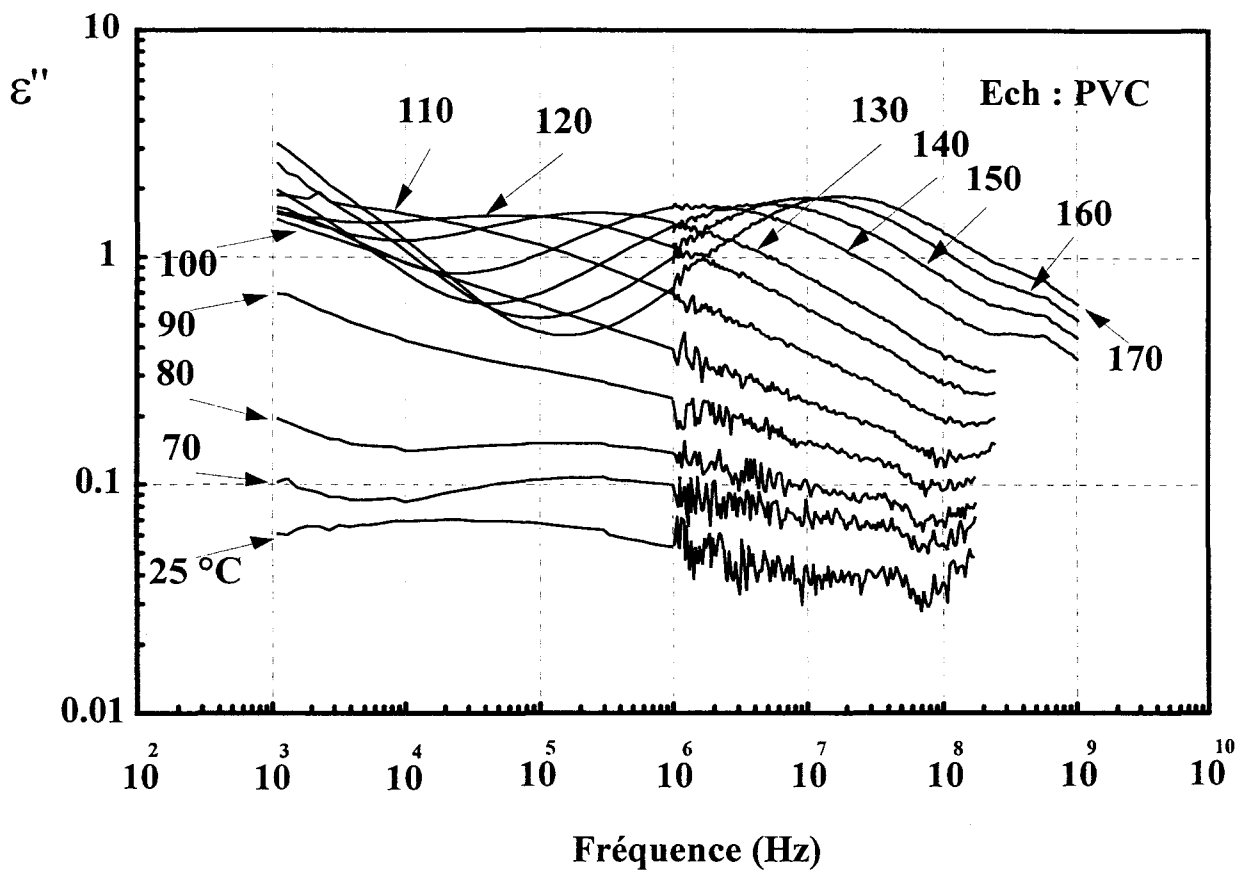
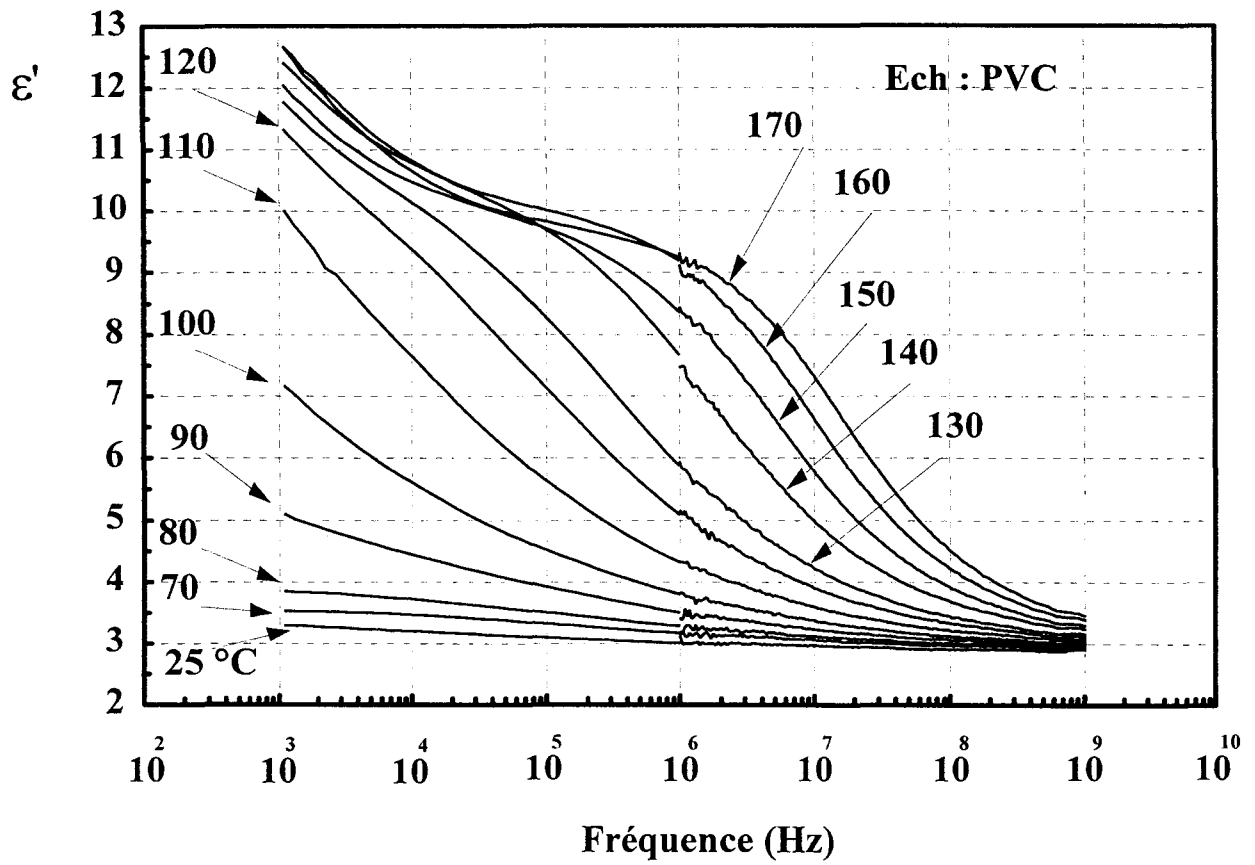


Figure IV-3 : Evolution des permittivités réelle et imaginaire du PVC en fonction de la fréquence dans la bande de températures 25 - 170°C.

## **IV-6 Résultats expérimentaux et discussion**

### **IV-6-1 Etude à larges bandes de fréquence et de température du PVC**

Les résultats obtenus dans la gamme de fréquences 1 kHz - 1 GHz et de températures 25 - 170 °C sont donnés figure IV-3. Pour des températures inférieures à la température de transition vitreuse ( $T < 90^\circ\text{C}$  ; phase gelée), nous observons un domaine de relaxation fortement distribué (figure IV-4a). Les pertes sont faibles ( $\epsilon''_{\text{max}} \sim 0.1$ ) et les fréquences critiques (moyennes) varient de quelques 10 kHz à quelques 100 kHz. Ces deux grandeurs augmentent avec la température (figures IV-5 et IV-6a). L'énergie d'activation du mécanisme déduite de la courbe  $F_c(1/T)$  est de l'ordre de 11.2 kcal/mole (0.48 eV). Nous attribuons ce mécanisme de relaxation au mécanisme  $\beta$  résultant des mouvements locaux des groupements polaires C—Cl de la chaîne. Ces mouvements sont relativement limités dans la phase gelée d'où la faible amplitude du mécanisme. La forte distribution des spectres peut s'interpréter par des mouvements différents des groupements C—Cl et donc le caractère amorphe du matériau [8].

Au dessus de la transition vitreuse ( $T > 90^\circ\text{C}$  ; phase viscoélastique), les permittivités sont fortement modifiées. Les spectres moins distribués que dans la phase gelée montrent l'apparition d'un mécanisme de relaxation supplémentaire qui vient masquer le précédent (figure IV-3). L'amplitude de ce mécanisme est plus importante ( $\epsilon''_{\text{max}} \sim 1.5$ ) et augmente légèrement avec la température (figure IV-6b). La fréquence critique augmente rapidement avec la température (figure IV-5) : elle est inférieure à 100 Hz jusque 90 °C et atteint la valeur de plusieurs 10 MHz à 170°C. Nous pouvons attribuer ce mécanisme à la relaxation  $\alpha$  dû aux mouvements coopératifs des groupements polaires C—Cl autorisés dans la phase viscoélastique. L'application du modèle W.L.F. [15] conduit aux paramètres suivants pour le PVC :

$$T_g = 92 \text{ }^\circ\text{C} \quad F_c(T_g) = 0.01 \text{ Hz} \quad C_1 = 27.2 \quad C_2 = 21.2$$



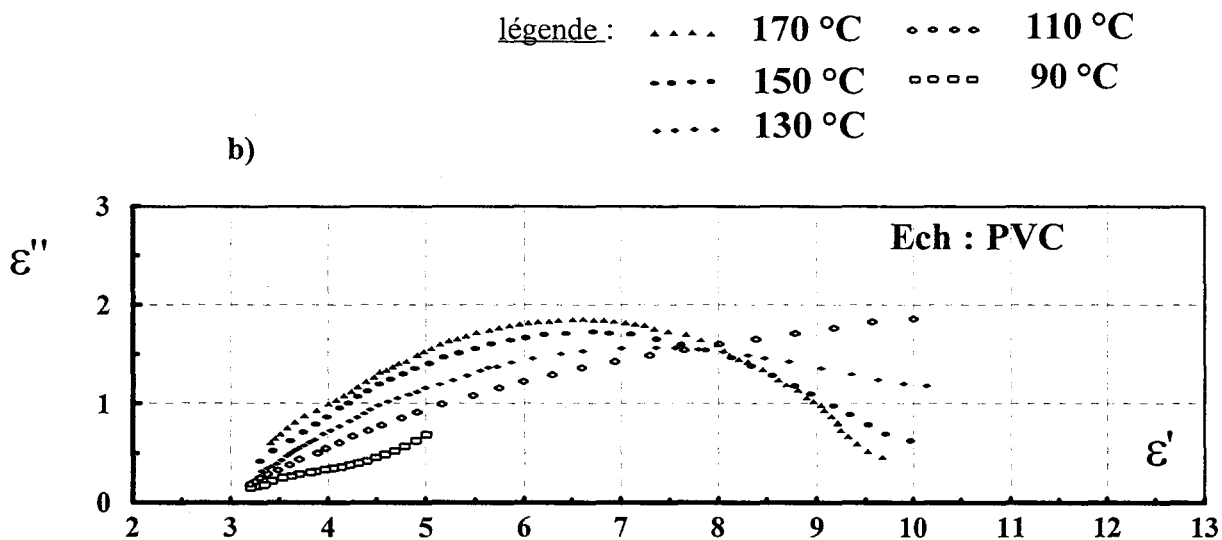
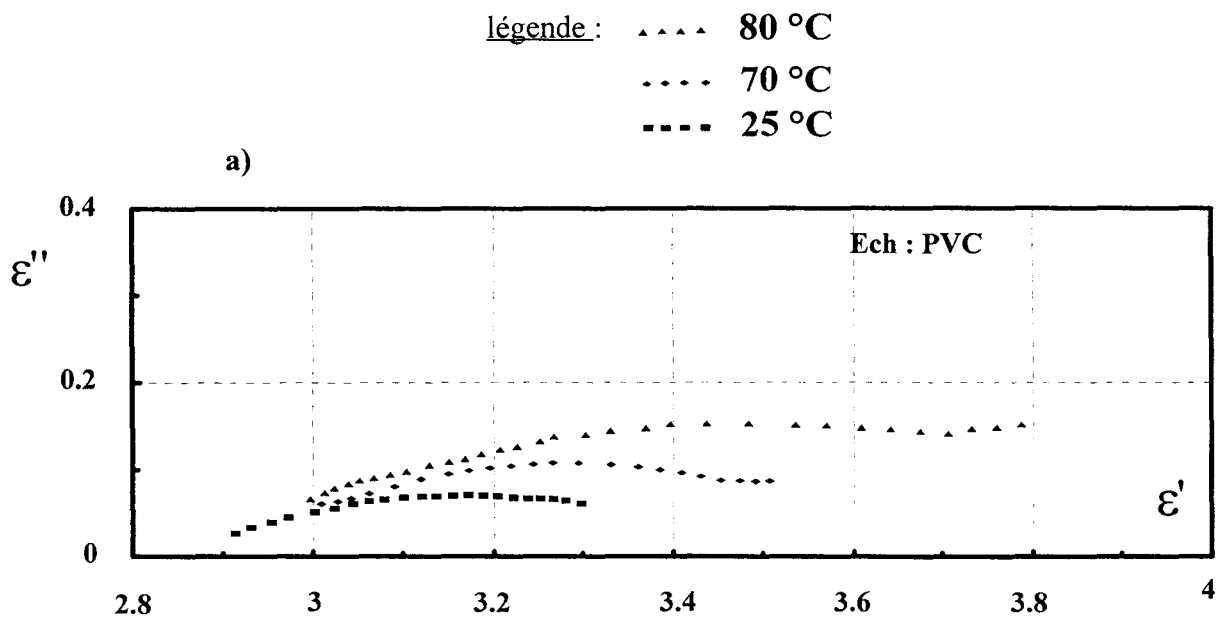


Figure IV-4 : Diagrammes de Cole et Cole du PVC en fonction de la température  
 (a)  $T < T_g$  (b)  $T > T_g$ .

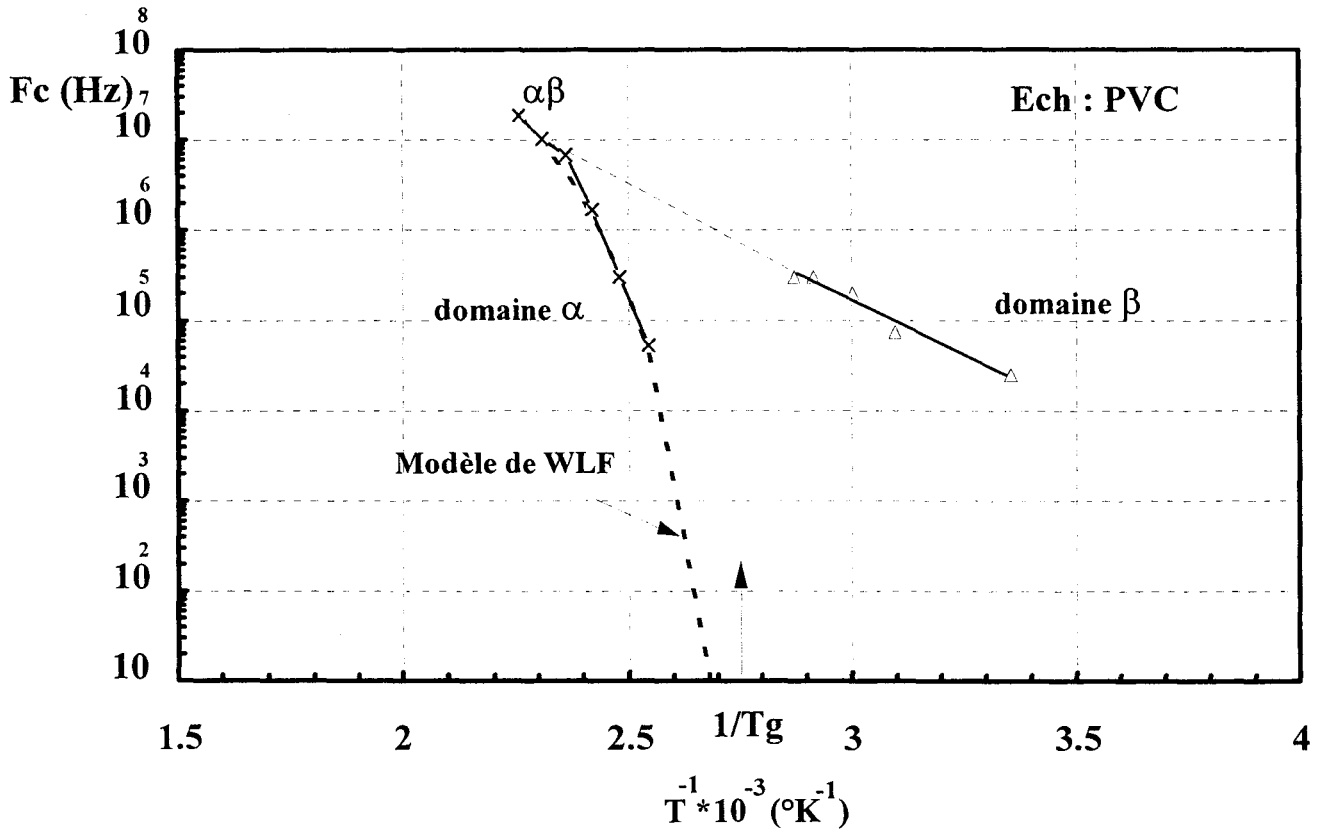


Figure IV-5 : Courbe  $F_c=f(1/T)$  pour le PVC.

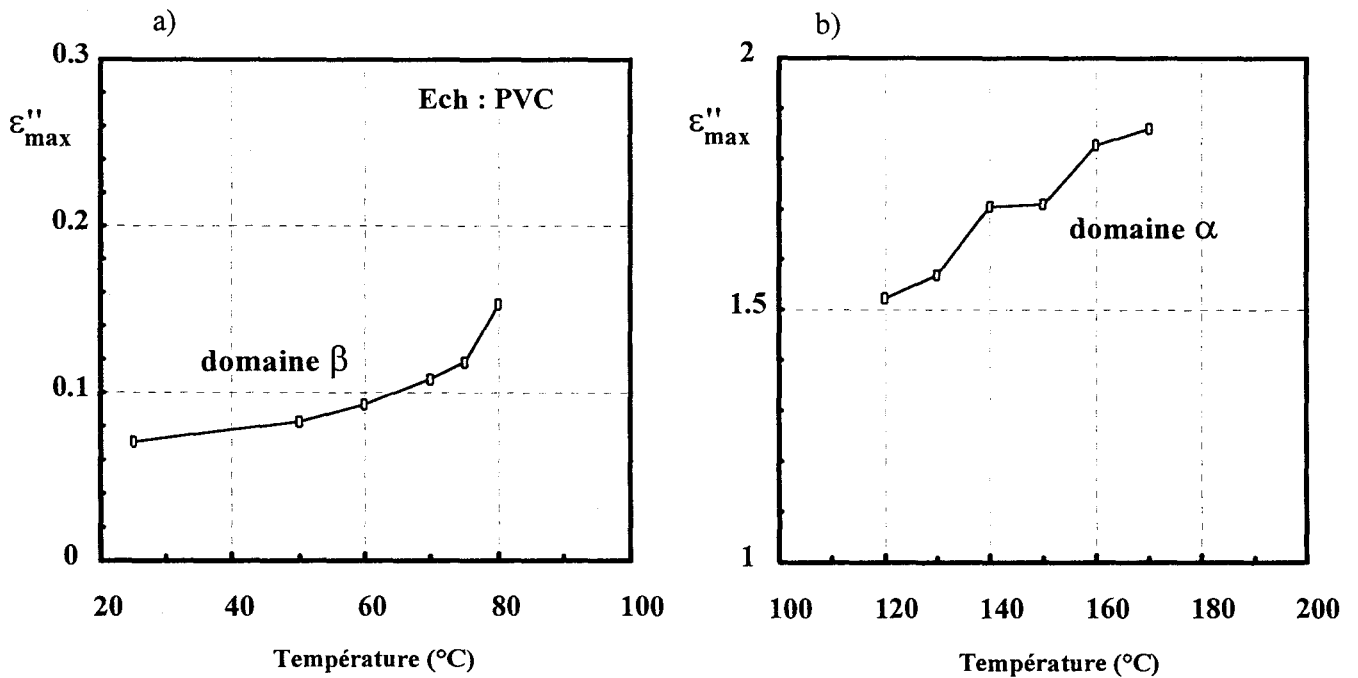


Figure IV-6 : Evolution des pertes maximales du PVC en fonction de la température (a)  $T < T_g$  et (b)  $T > T_g$ .

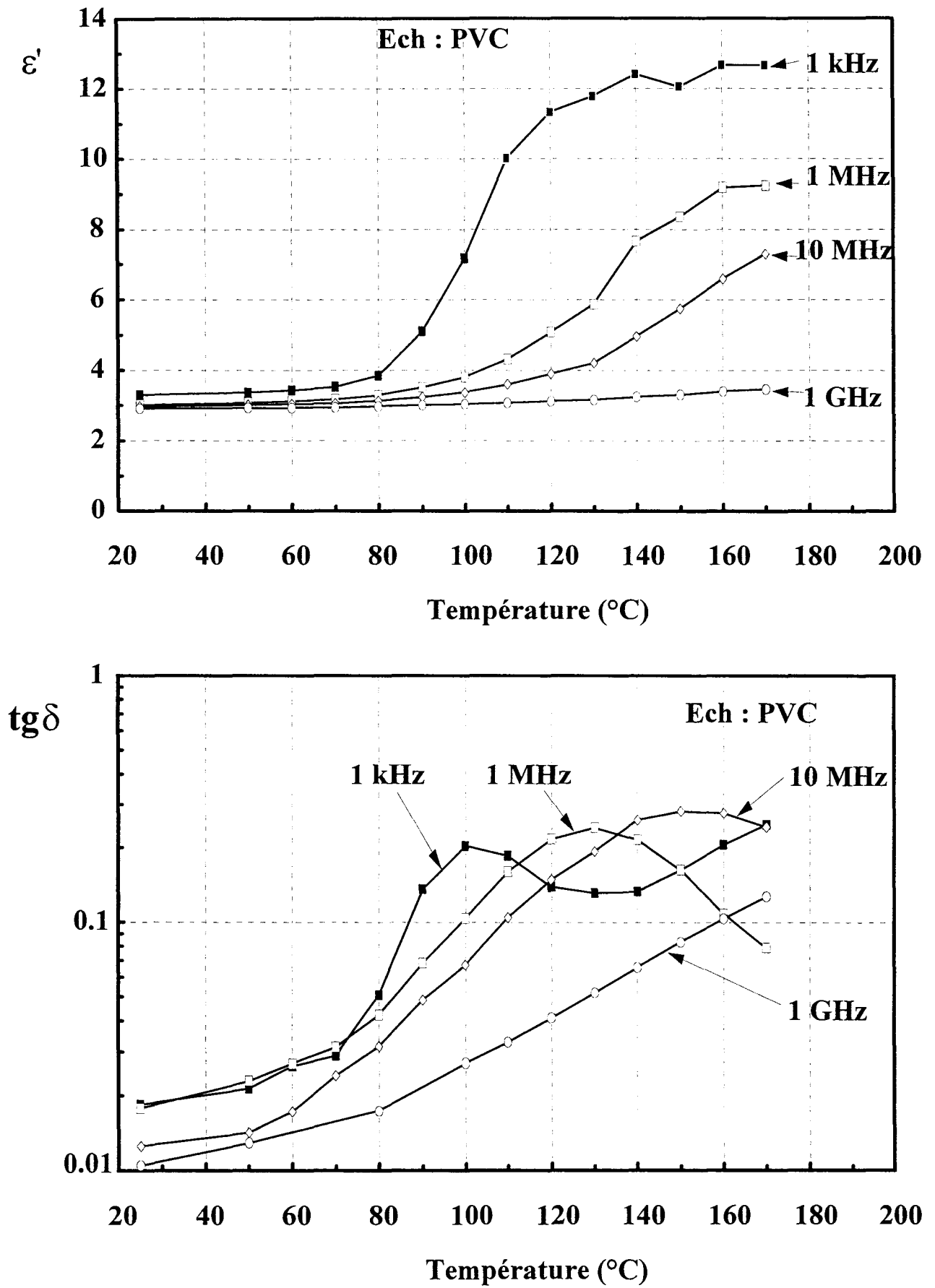


Figure IV-7 : Evolution de la permittivité réelle et de l'angle de pertes du PVC en fonction de la température à différentes fréquences.

L'amplitude plus importante du mécanisme  $\alpha$  est probablement liée à la mobilité plus importante des chaînes dans cette phase. A haute température, la fréquence critique du mécanisme  $\alpha$  est dans le prolongement de celle du mécanisme  $\beta$  précédent (figure IV-5). Pour les températures les plus élevées, nous observons une remontée des pertes  $\epsilon''$  et de la permittivité réelle  $\epsilon'$  à basse fréquence. Ceci est probablement lié à la conductivité résultant des impuretés présentes dans la matrice qui devient importante ( $\sigma \sim 10^{-9} \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$  à  $170^\circ\text{C}$ ). Sur la figure IV-7, nous donnons les évolutions de la permittivité réelle et de l'angle de pertes en fonction de la température pour différentes fréquences. Cette autre représentation des permittivités, généralement utilisée dans la littérature, met en évidence le pic d'absorption lié au mécanisme  $\alpha$ , l'amplitude du mécanisme  $\beta$  étant nettement plus faible.

#### **IV-6-2 Etude à larges bandes de fréquence et de température du PVCP**

##### **a) Propriétés diélectriques du plastifiant**

Nous avons mesuré les propriétés diélectriques du plastifiant utilisé (phtalate de dioctyle, tableau IV-1) dans la gamme de fréquences 10 Hz - 1 GHz et de  $20^\circ\text{C}$  à  $80^\circ\text{C}$ . Ces mesures ont été effectuées à l'aide de la cellule coaxiale circuit-ouvert. L'étanchéité a été assurée en plaçant un mica dans le plan d'entrée de la cellule. Les résultats obtenus sont donnés figures IV-8 et IV-9. Les spectres mettent en évidence un mécanisme de relaxation de type Debye. Nous attribuons ce mécanisme au mouvement de réorientation des molécules. L'amplitude relativement importante obtenue ( $\epsilon''_{\text{max}} \sim 2$ ) de ce mécanisme est liée aux groupements polaires COO ( $\mu_{\text{résultant}} \sim 3$  Debye). La fréquence critique du mécanisme est relativement faible pour un liquide ( $\sim 100$  MHz). Ceci peut s'expliquer par la viscosité importante du matériau. L'étude en température (figure IV-9) montre une diminution de la permittivité statique avec la température et une énergie d'activation du mécanisme de l'ordre de 8 kcal/mole (0.35 eV).

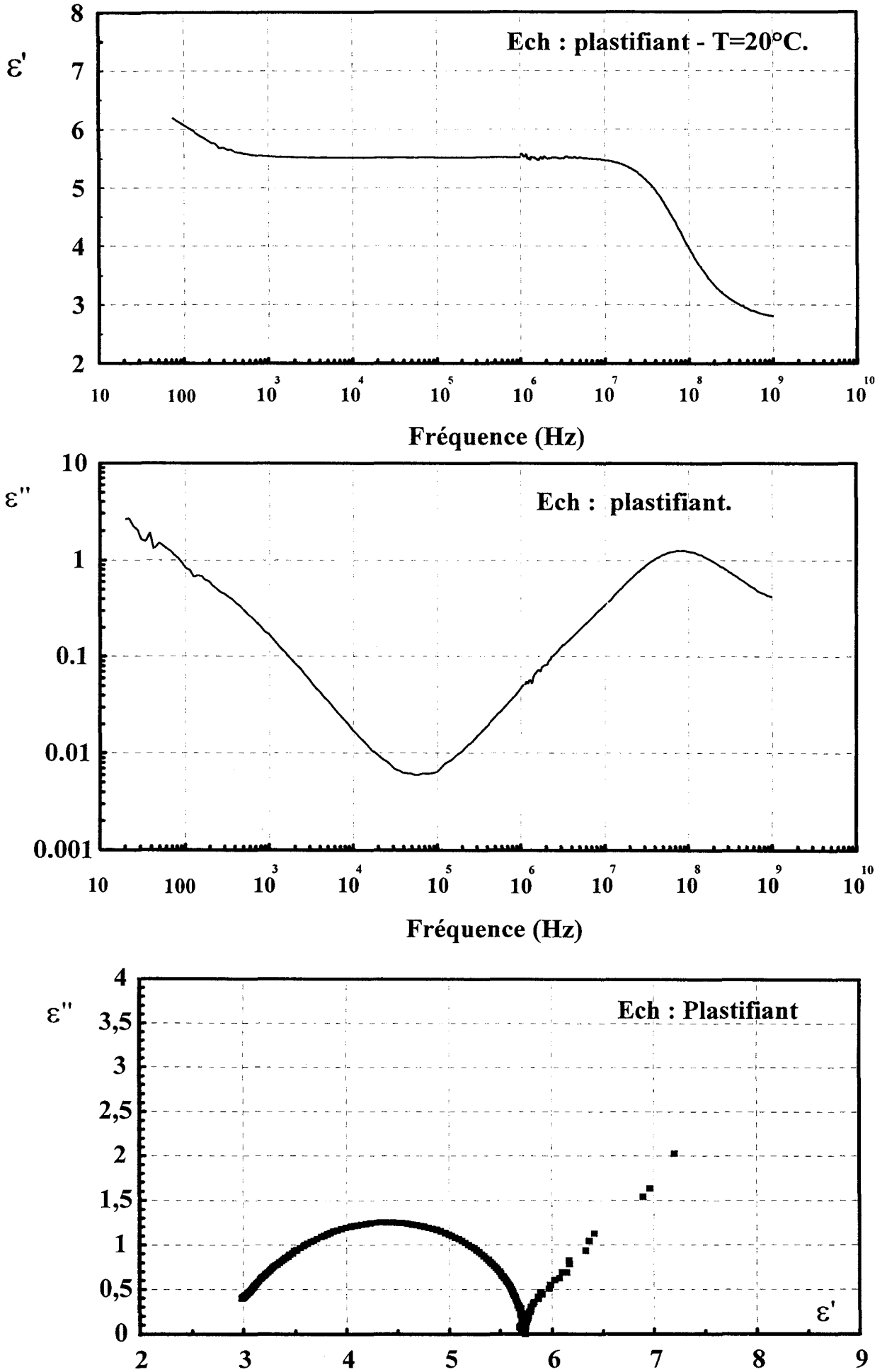


Figure IV-8 : Spectres diélectriques Mesure du plastifiant à température ambiante.

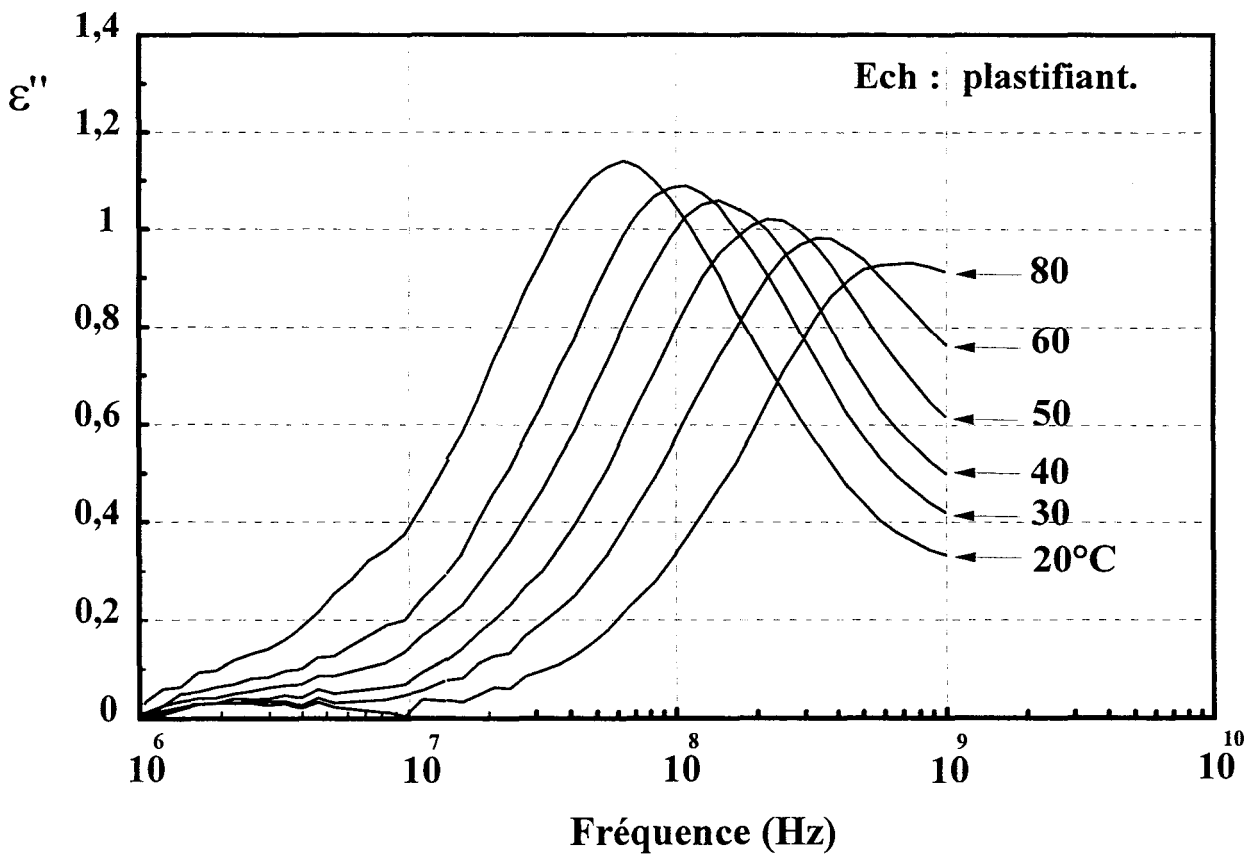
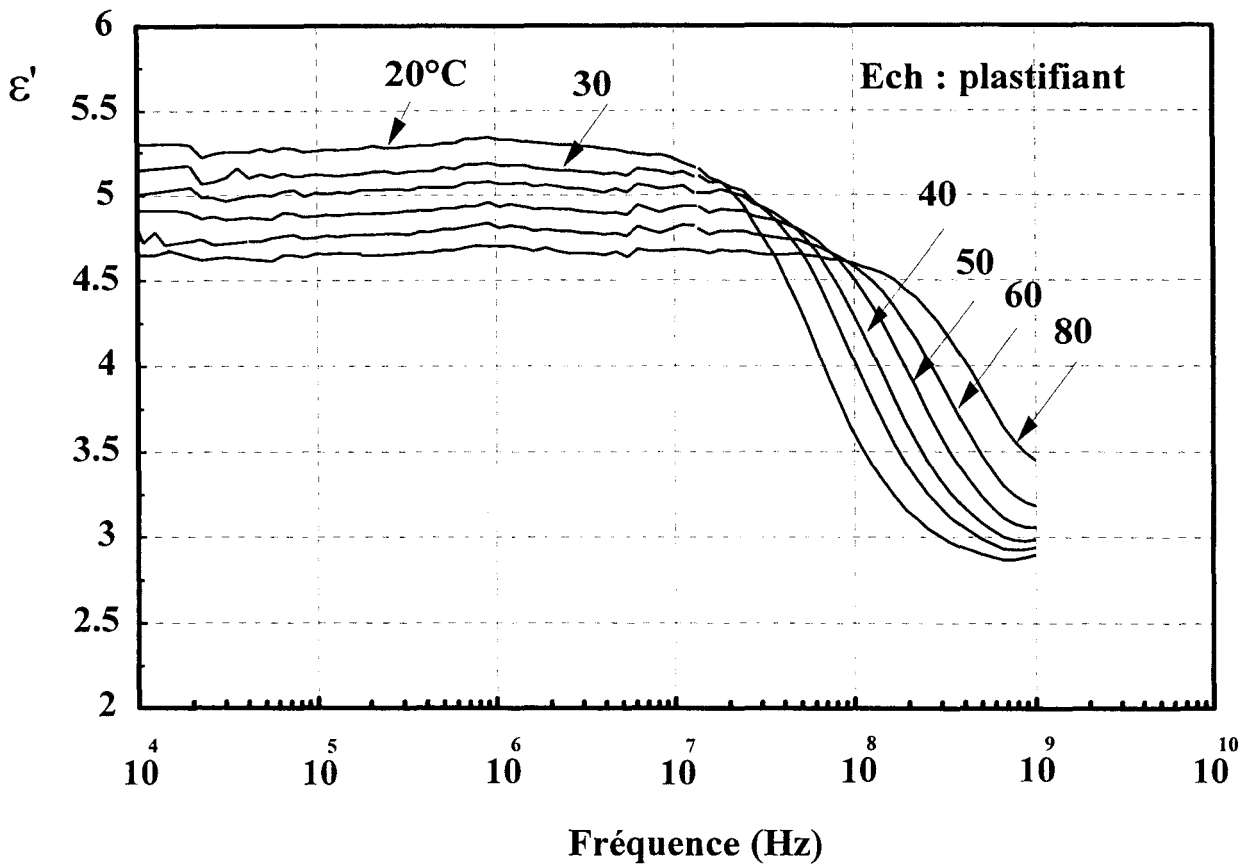


Figure IV-9 : Evolution des permittivités réelle et imaginaire du plastifiant en fonction de la fréquence pour différentes températures.

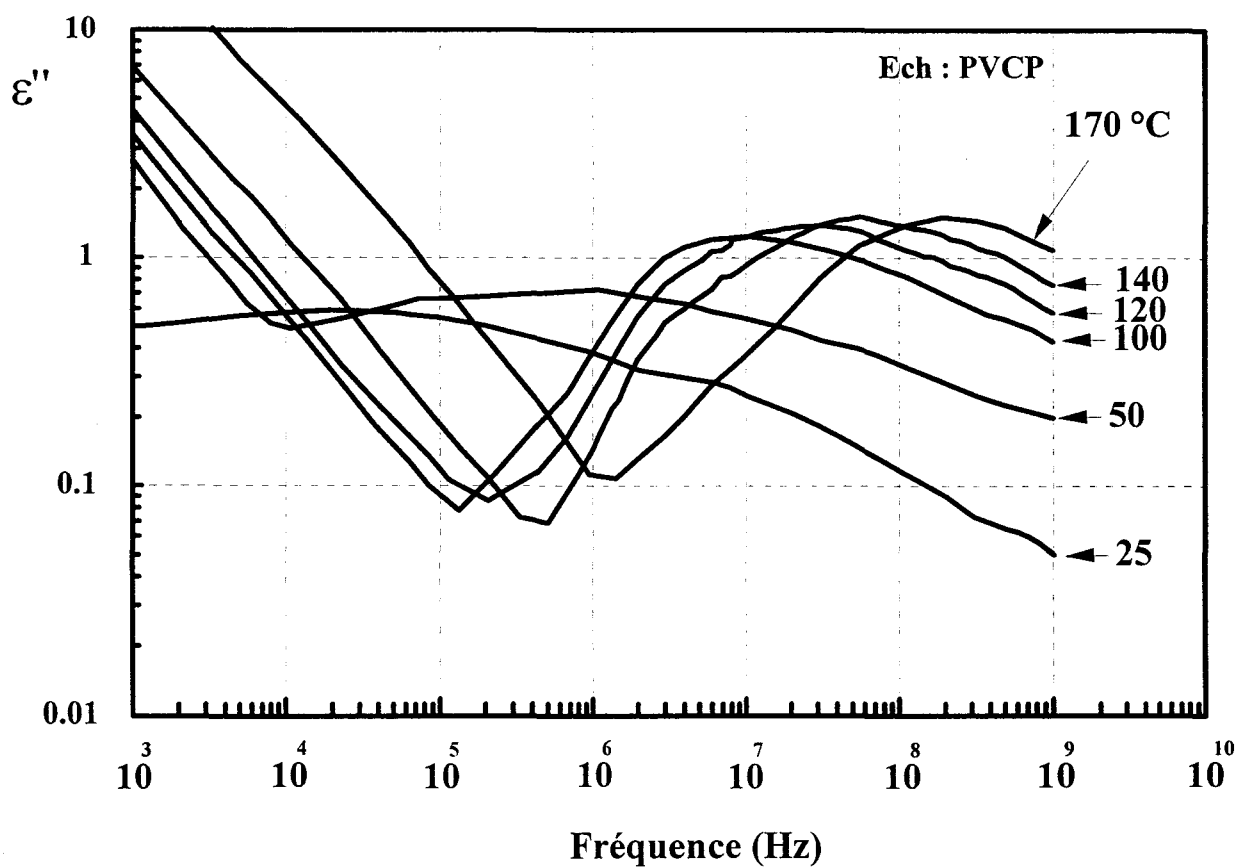
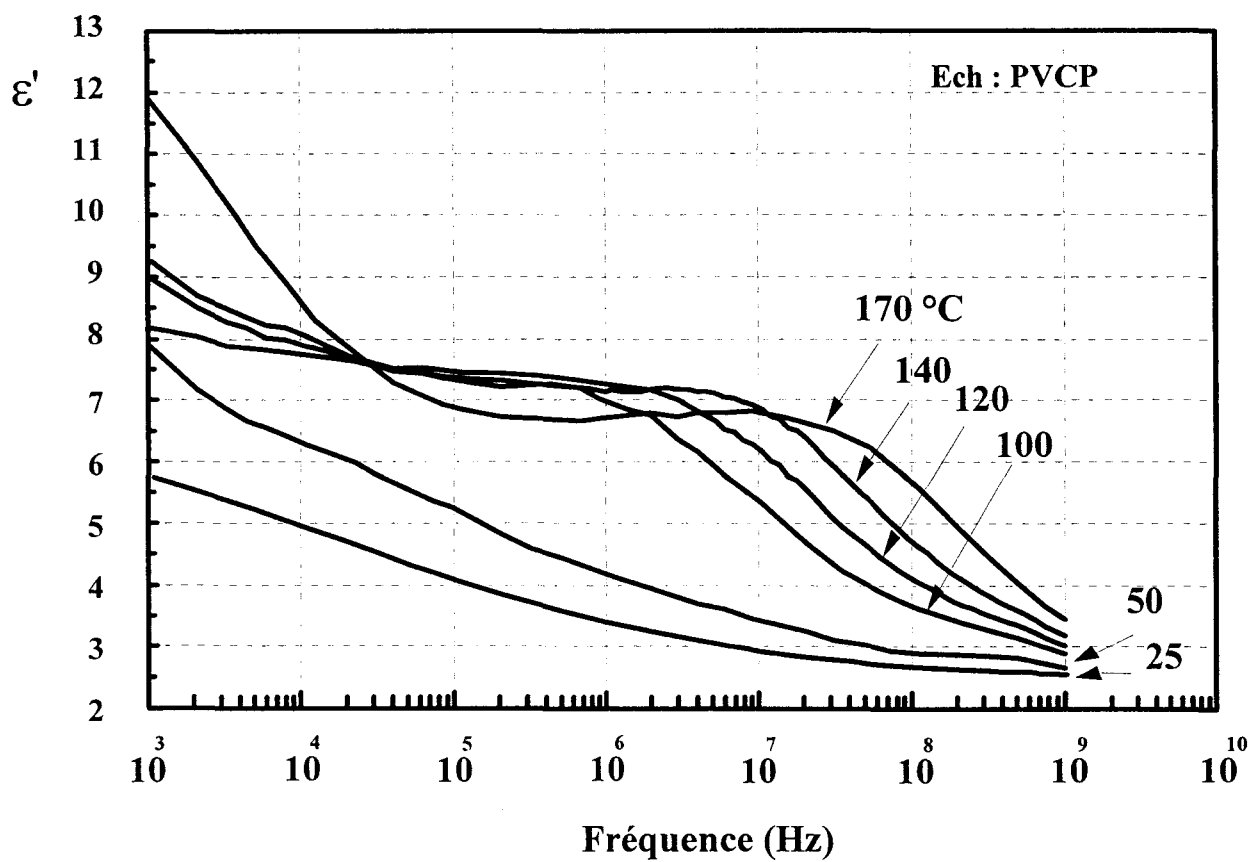


Figure IV-10 : Evolution des permittivités réelle et imaginaire du PVCP en fonction de la fréquence dans la bande de températures 25 - 170°C.

**b) Propriétés diélectriques du PVCP (30 %)**

Les spectres diélectriques du PVCP extrudé avec un taux de plastification de 30 % (masse du plastifiant par rapport à la masse totale) sont donnés figure IV-11. Ces spectres sont similaires à ceux obtenus dans la phase viscoélastique du PVC pur. Ce résultat était prévisible puisque la plastification a pour effet d'abaisser la température de transition vitreuse [16][17]. Pour un taux de plastification de 30 %, cette température devient inférieure à la température ambiante. Le mécanisme de relaxation observé pour le PVCP peut donc être attribué au mécanisme  $\alpha$ . Le décalage en température lié à la plastification est mis en évidence sur la figure IV-12 où nous comparons les fréquences critiques du PVC et du PVCP. La fréquence critique du mécanisme  $\alpha$  du PVCP à température ambiante correspond au PVC pur chauffé à 110°C. L'application du modèle W.L.F. au PVCP conduit aux paramètres suivants (figure IV-13) :

$$T_g = 10.2 \text{ } ^\circ\text{C} \quad F_c(T_g) = 10.2 \text{ Hz} \quad C_1 = 80 \quad C_2 = 20.2$$

Sur la figure IV-14, nous pouvons remarquer que l'amplitude du mécanisme  $\alpha$  du PVCP est inférieure à celle du PVC pur.

**c) Influence du taux de plastification sur les permittivités à température ambiante**

Pour compléter l'étude précédente, nous avons étudié les propriétés diélectriques du PVCP à température ambiante en fonction du taux de plastification. Dans ce but, différents échantillons de PVCP ont été préparés par mélange de PVC (disponible sous forme de poudre) et du plastifiant dans les proportions souhaitées puis polymérisation en étuve à 110°C pendant 10 minutes. Les résultats pour le PVC pur et 2 taux de plastification sont présentés figure IV-15. Ces résultats montrent que l'augmentation du taux de plastification a pour principal effet d'augmenter la fréquence critique du mécanisme  $\alpha$  à température ambiante.



légende:   ▲▲▲▲ 100 °C                   □□□□ 170 °C  
               ○○○○ 50 °C                   ◆◆◆◆ 140 °C  
               ■ ■ ■ ■ 25 °C                ○○○○ 120 °C

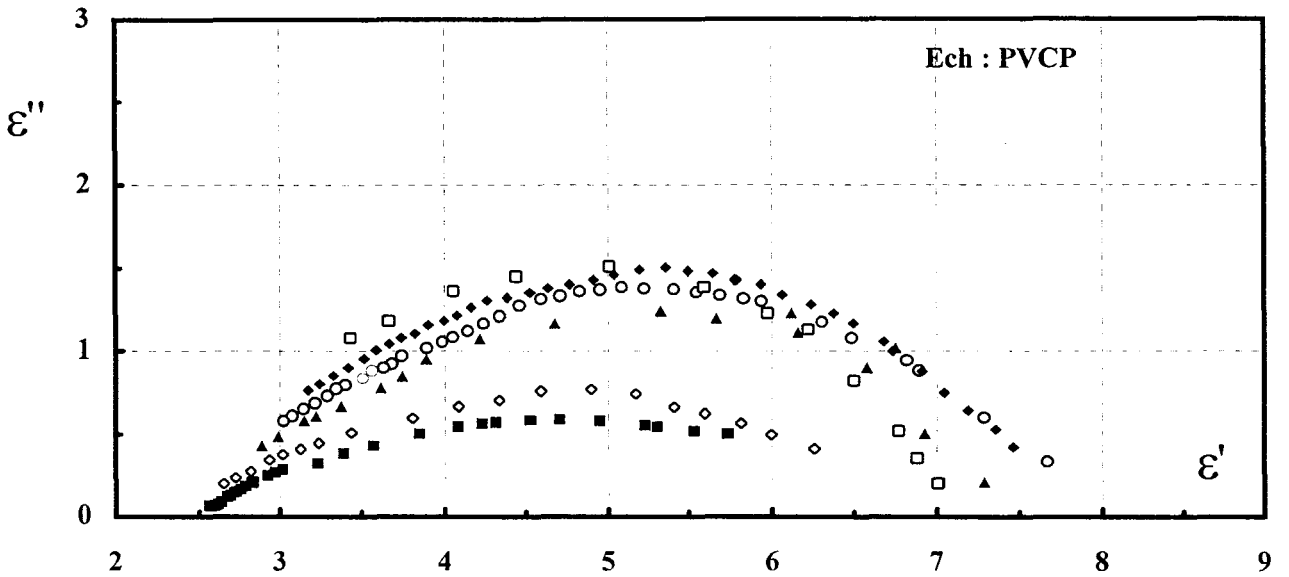


Figure IV-11 : Diagrammes de Cole et Cole du PVCP en fonction de la température ( $T > T_g$ ).

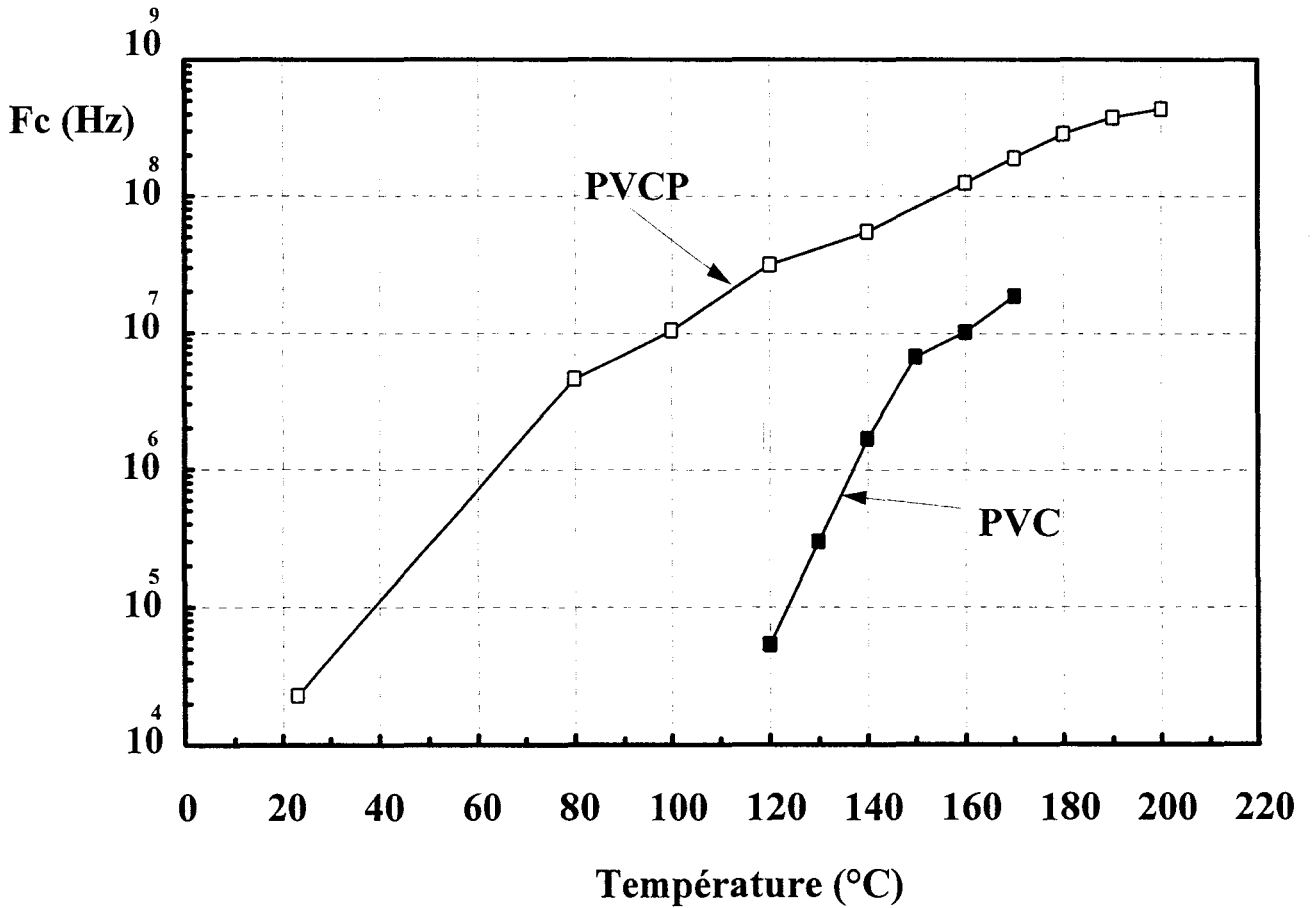


Figure IV-12 : Courbes  $F_c=f(T)$  pour le PVC et le PVCP.

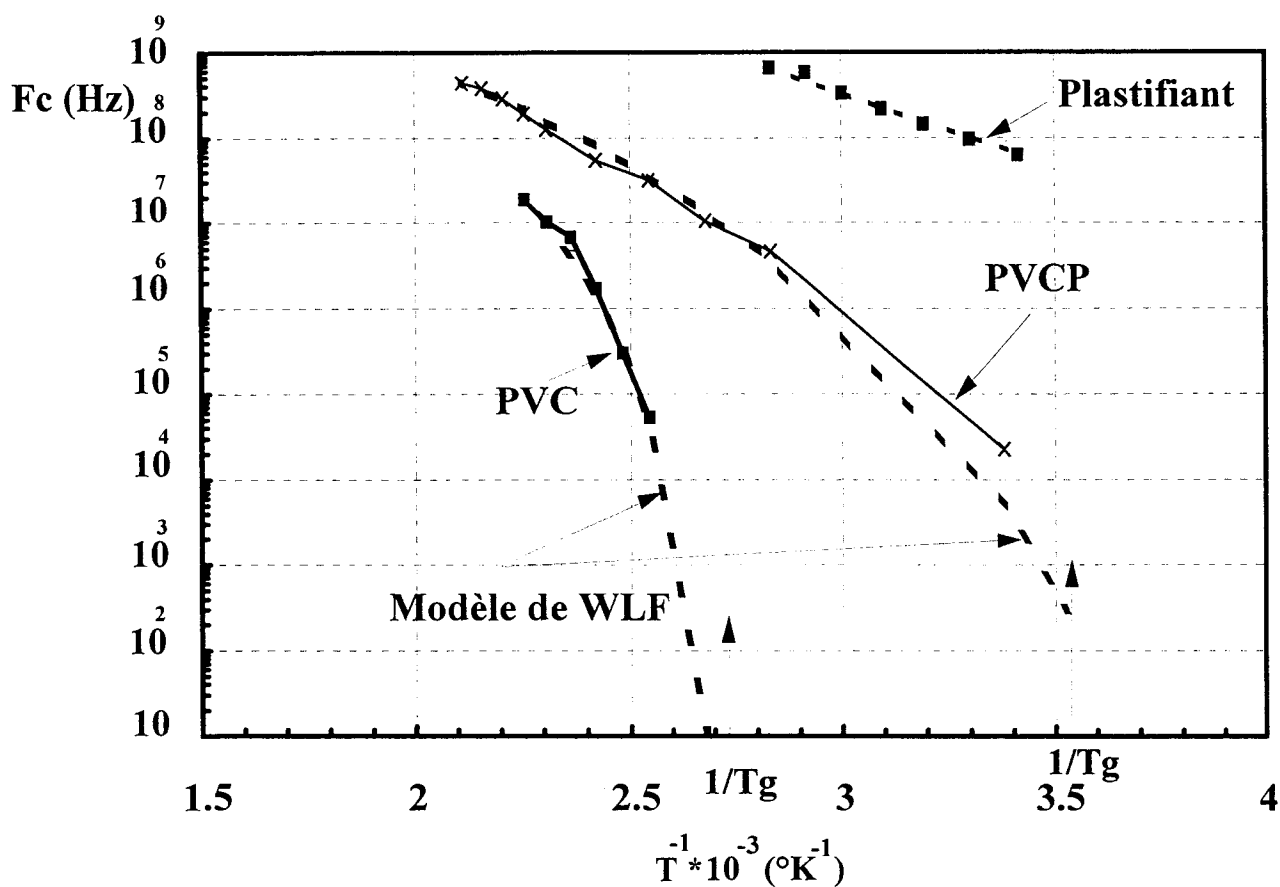


Figure IV-13 : Comparaison des courbes  $F_c=f(1/T)$  du PVCPlastifiant et du PVC.

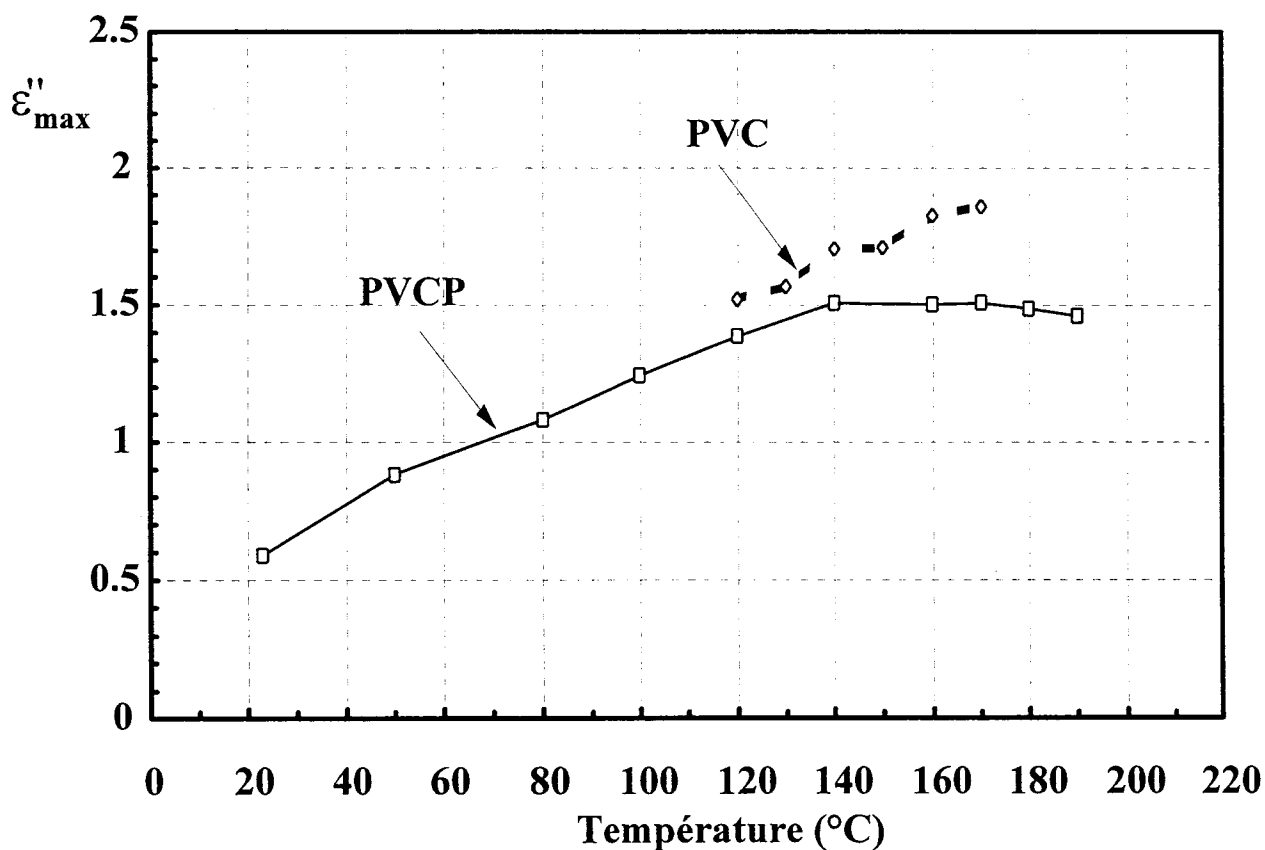


Figure IV-14 : Comparaison des pertes maximales du PVC et du PVCPlastifiant en fonction de la température ( $T > T_g$ ).

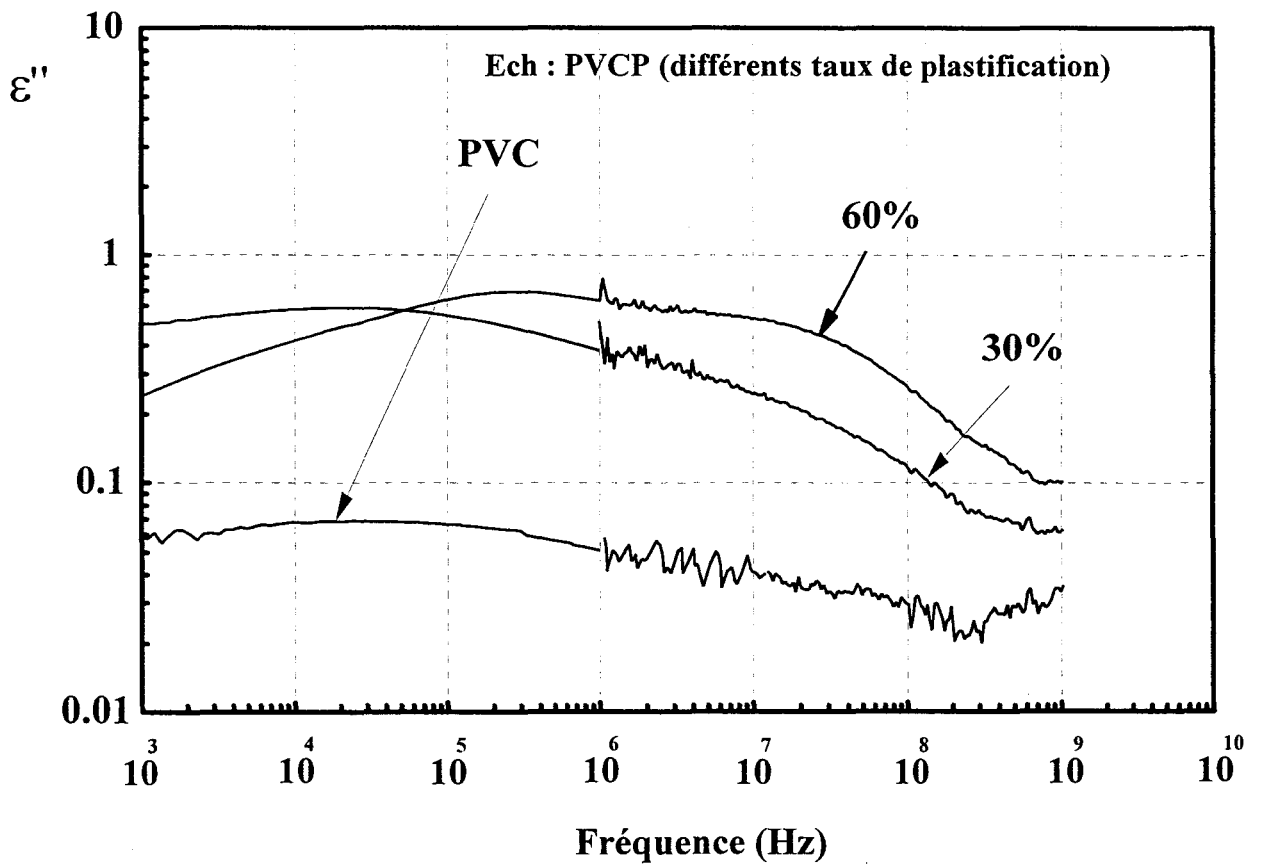
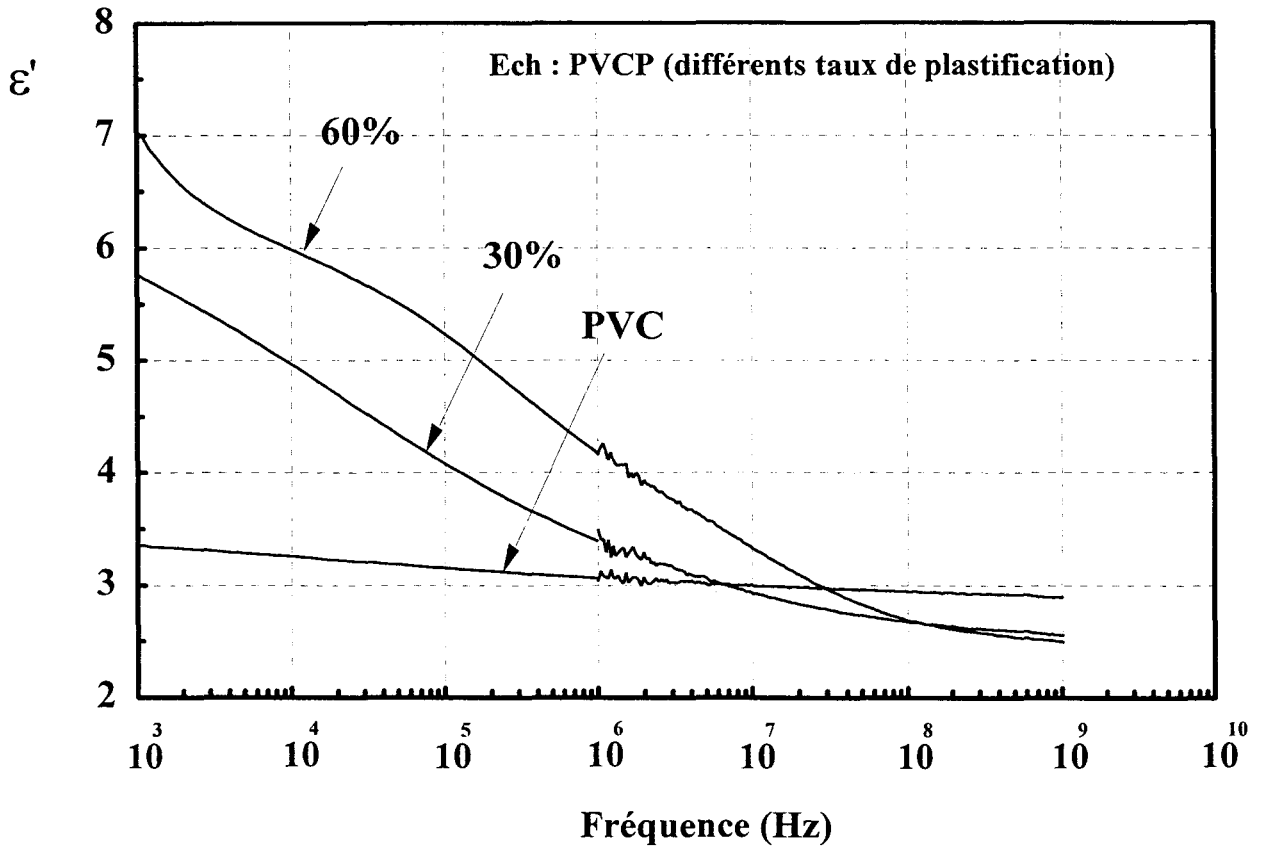


Figure IV-15 : Effet de la plastification sur les propriétés diélectriques du PVC.

Cette fréquence atteint la valeur de 300 kHz pour un taux de plastification de 60 %. Ceci est lié, comme précédemment, à la diminution de la température de transition vitreuse [18].

#### **IV-6-3 Propriétés diélectriques de polymères thermoplastiques dans la gamme des micro-ondes et en fonction de la température (20 °C - 200 °C)**

Nous avons caractérisé l'ensemble des polymères du tableau IV-1 dans la gamme des micro-ondes (1 - 8 GHz) et de l'ambiante à 200°C. A titre d'exemple, nous donnons figure IV-16 les évolutions en fonction de la fréquence de la permittivité réelle et des pertes pour le PVC. Dans toute la gamme de température, ces deux grandeurs diminuent faiblement avec la fréquence. Nous n'observons pas de nouveau mécanisme de relaxation et nous pouvons considérer que les spectres diélectriques correspondent au prolongement de ceux obtenus précédemment à plus basses fréquences [19][20].

Sur la figure IV-17, nous avons représenté la permittivité réelle et imaginaire du PVC à la fréquence de 3.6 GHz (fréquence centrale du radiomètre) en fonction de la température. Dans la phase gelée les permittivités varient peu avec la température. Elles augmentent fortement au dessus de la température de transition vitreuse. Ces résultats s'expliquent par ceux obtenus précédemment à plus basses fréquences. L'augmentation des permittivités au dessus de  $T_g$  est liée à l'apparition du mécanisme  $\alpha$  dans la phase viscoélastique [20].

Des résultats similaires sont obtenus pour le PMMA (figure IV-18) et l'ABS (figure IV-19) avec des pertes inférieures à celle du PVC.

Dans le cas du PVCP (figure IV-20) et du TPU (figure IV-21) qui présentent des températures de transition vitreuse inférieures à l'ambiante, les pertes et les variations des permittivités sont plus importantes. Ces grandeurs augmentent dans toute la gamme de température. Ces deux matériaux, et en particulier le TPU semblent être les mieux adaptés pour des mesures radiométriques. En effet, la puissance radiométrique mesurée est directement liée aux pertes diélectriques du matériau (cf. § IV-7).

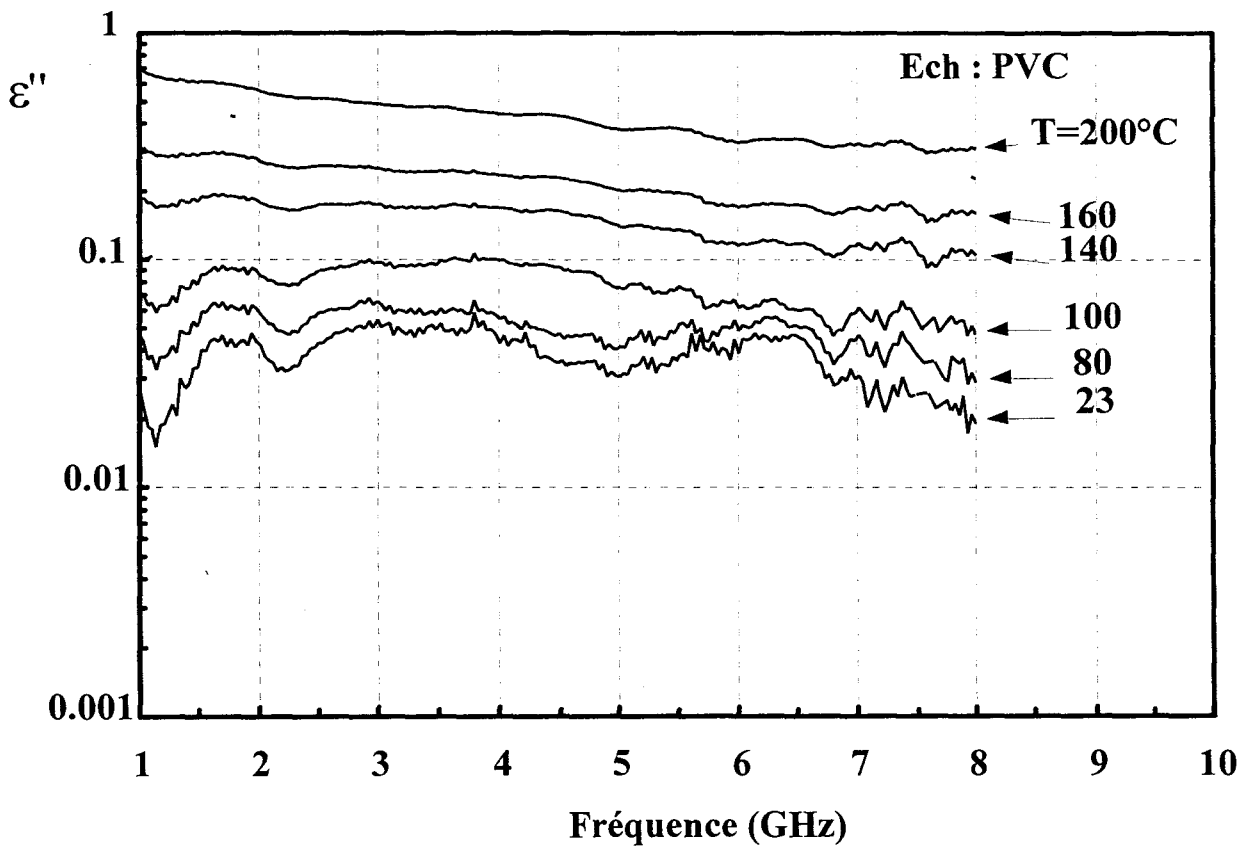
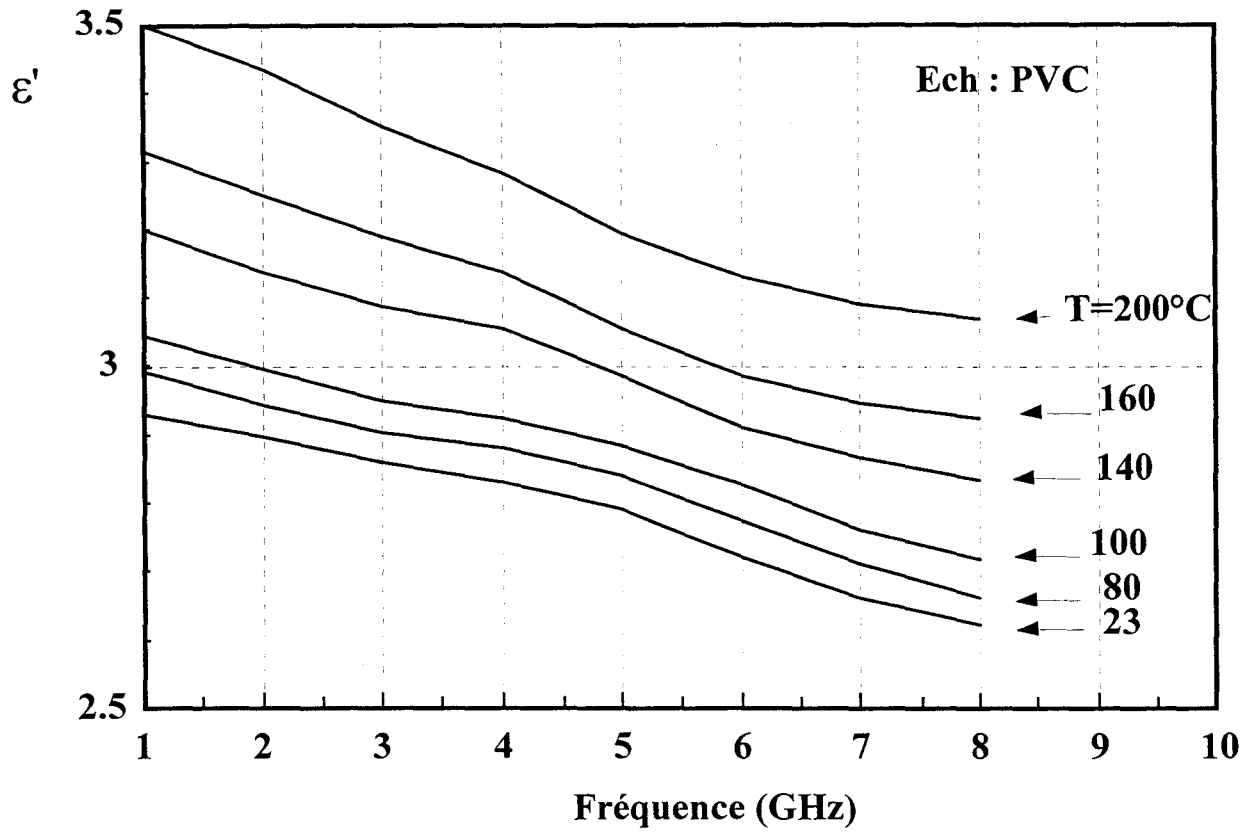


Figure IV-16 : Permittivités réelle et imaginaire du PVC dans la gamme des micro-ondes à plusieurs températures.

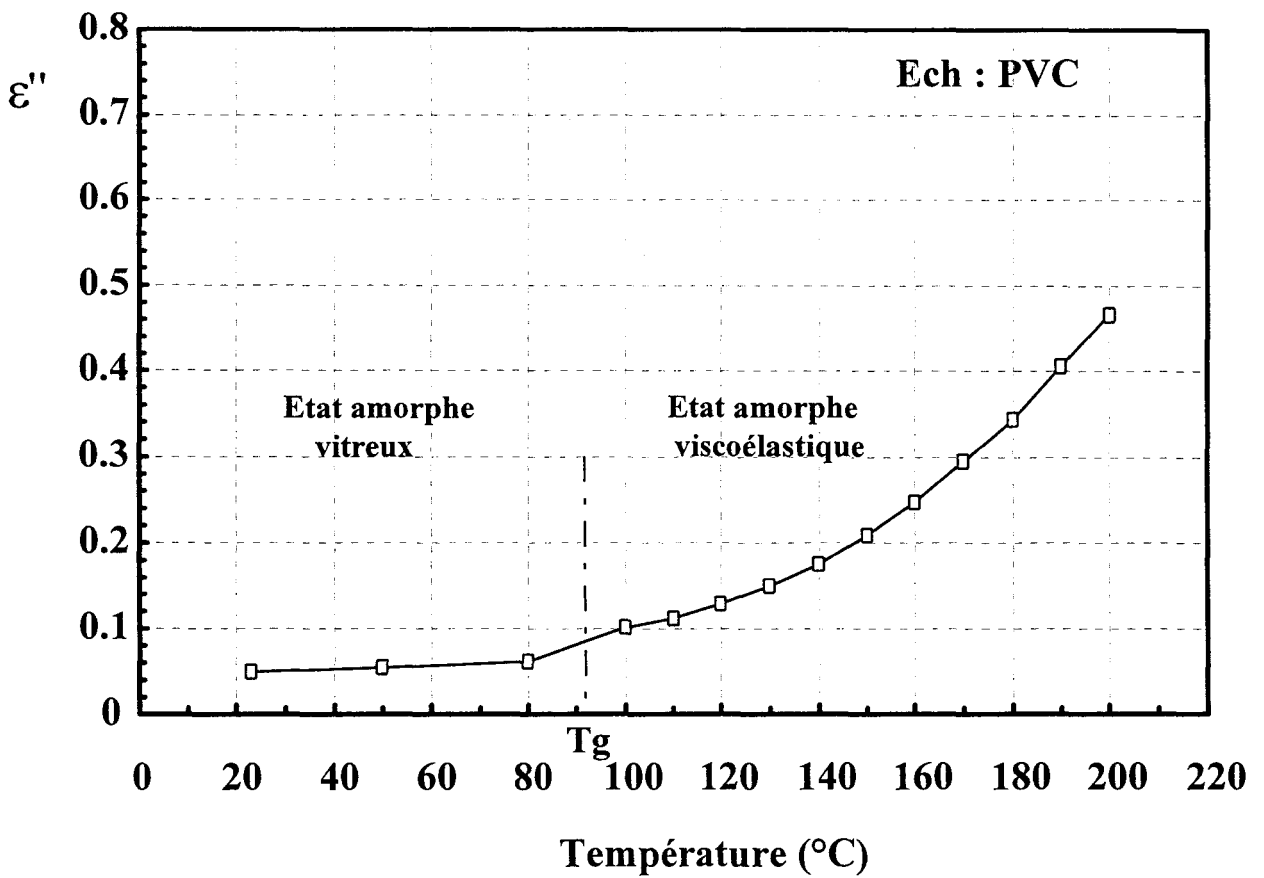
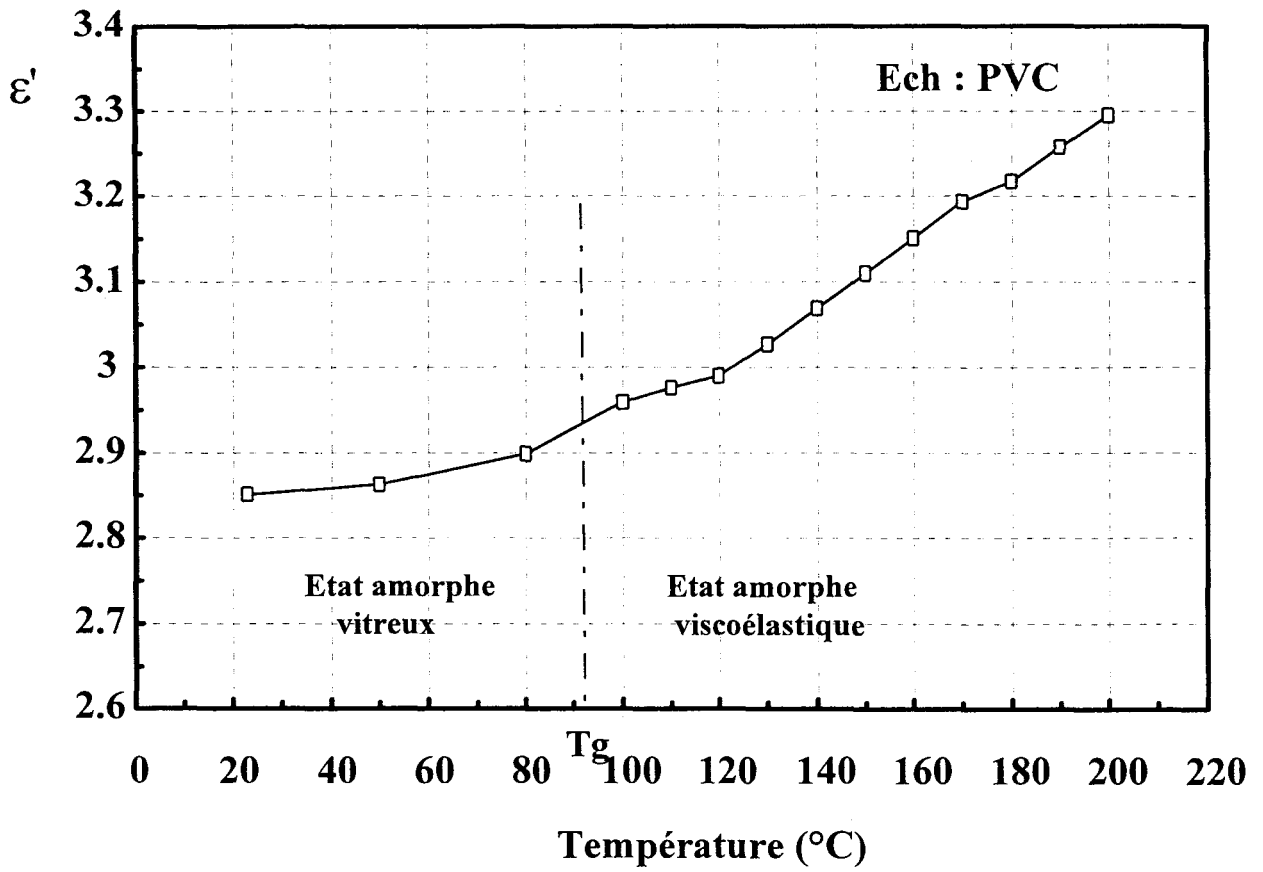


Figure IV-17 : Permittivités réelle et imaginaire du PVC en fonction de la température à la fréquence de 3.6 GHz.

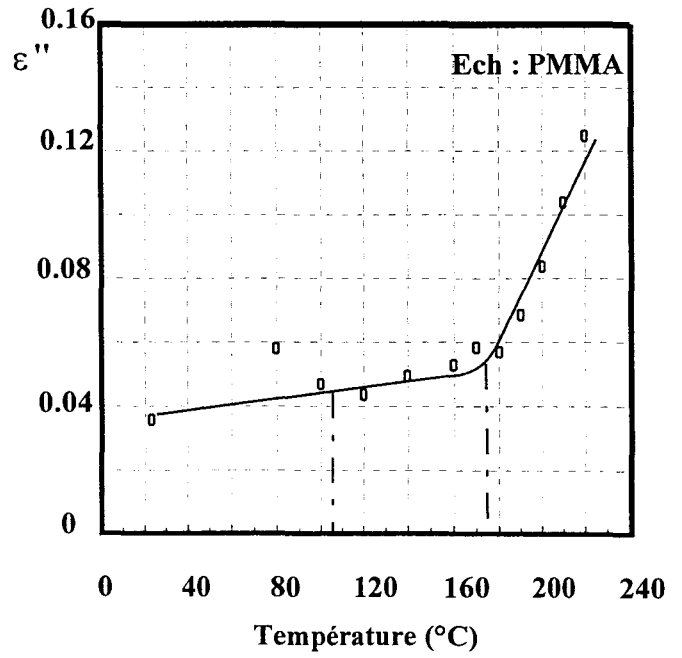
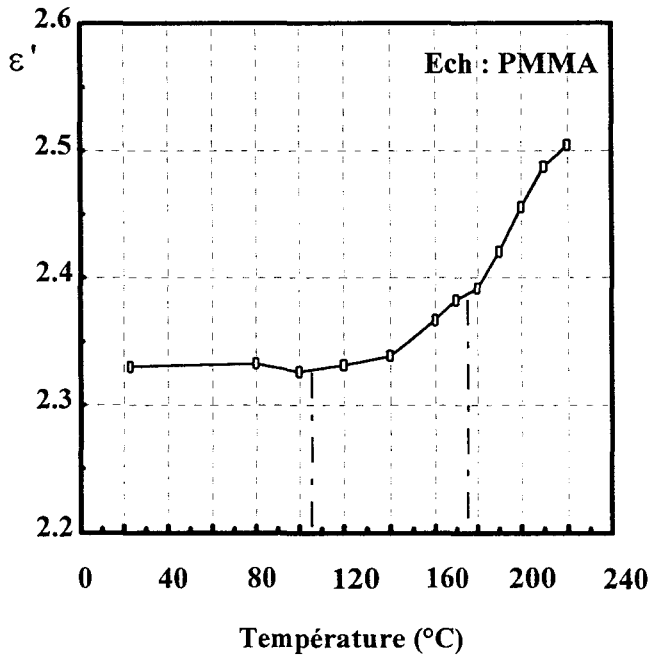


Figure IV-18 : Permittivités réelle et imaginaire du PMMA en fonction de la température à la fréquence de 3.6 GHz.

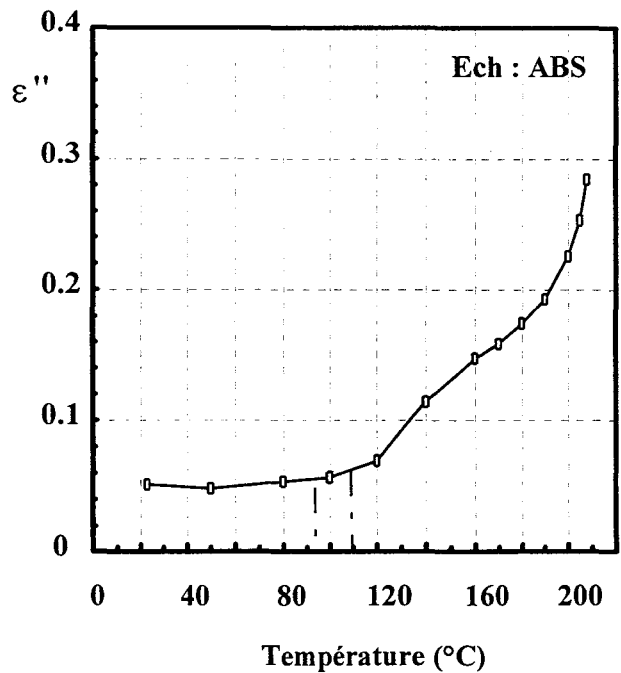
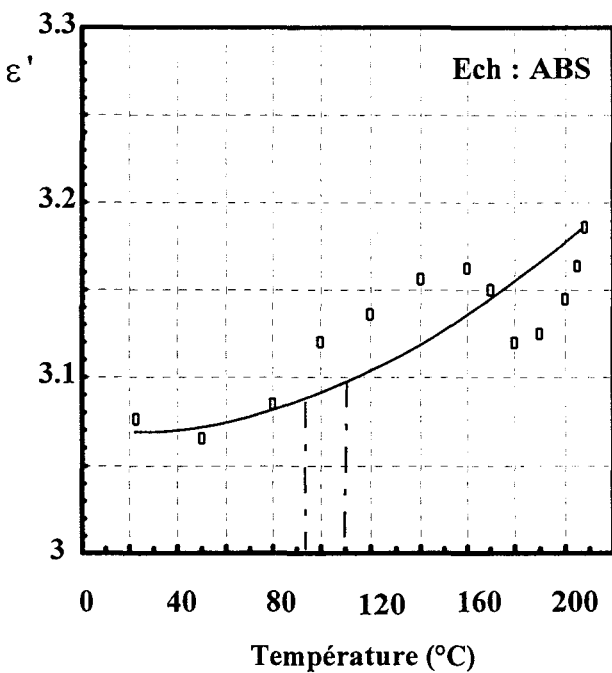


Figure IV-19 : Permittivités réelle et imaginaire de l'ABS en fonction de la température à la fréquence de 3.6 GHz.

### **IV-7 Application à la radiothermométrie micro-ondes**

Les résultats obtenus dans la gamme des micro-ondes ont été utilisés pour la réalisation d'un système de radiothermométrie micro-ondes pour la mesure de profils de température au sein d'un polymère en cours de transformation. Cette étude a été effectuée au Département "Polymères et Composites" de l'école des Mines de Douai [1] et en collaboration avec l'équipe "Circuits et Applicateurs" du D.H.S [21]. Un schéma de principe du système monté sur une filière d'extrudeuse est donné figure IV-22. Ce schéma fait apparaître :

- la filière dont les dimensions sont les suivantes : largeur 60 mm, longueur 150 mm et épaisseur variable de 3 à 5 mm. Celle-ci est régulée en température à l'aide de crayons chauffants.

- un radiomètre (ODAM TMO 3000 de la société Brucker) de fréquence centrale 3.6 GHz et de bande passante de 400 MHz.

- un hublot de quartz (épaisseur 39 mm, diamètre 120 mm). Ce matériau a été retenu pour sa forte tenue mécanique, sa bonne résistance thermique et son facteur de pertes faible dans la gamme des micro-ondes ( $\epsilon'' < 10^{-4}$ ) et jusque 400 °C.

- une antenne de type "patch" réalisée par l'équipe "Circuits et applicateurs" du D.H.S (cf. figure III-20). Cette antenne est adaptée à la fréquence centrale du radiomètre et refroidie par circulation d'eau.

- des capteurs de température et de pression.

Un algorithme de calcul de la puissance rayonnée par le polymère chauffé et un logiciel de reconstruction du profil thermique ont été développés [1]. Le calcul de la puissance rayonnée fait intervenir les pertes diélectriques. En effet, la puissance captée provenant d'une



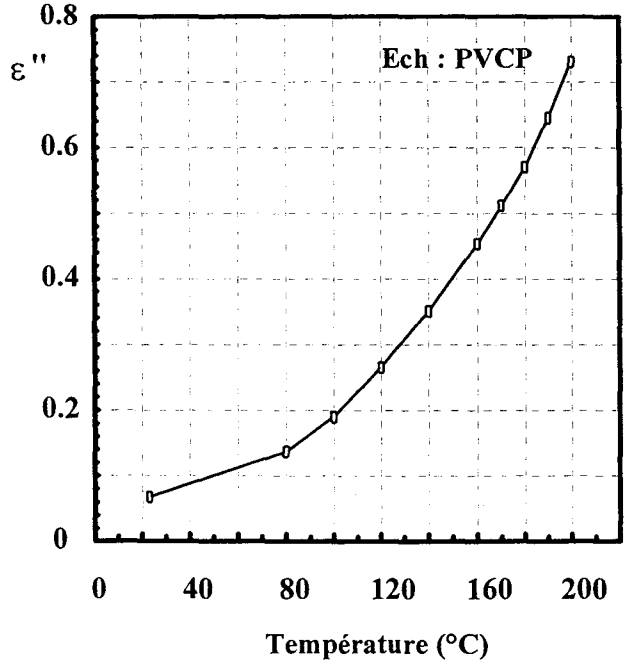
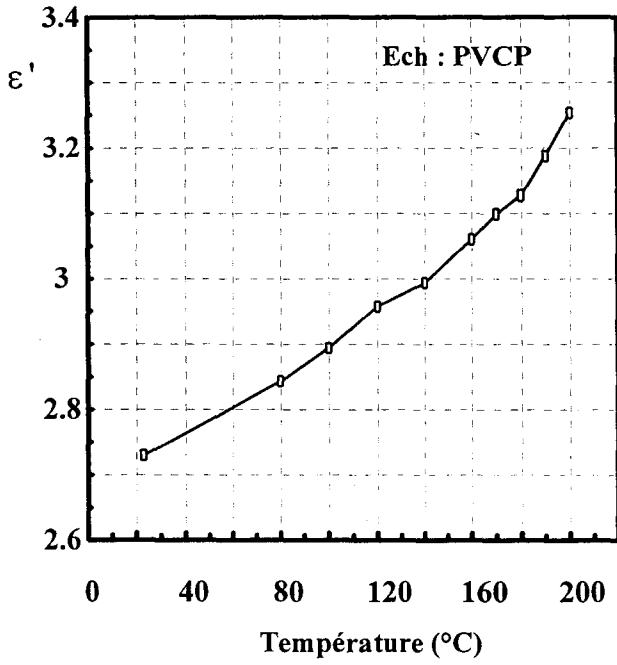


Figure IV-20 : Permittivités réelle et imaginaire du PVCP en fonction de la température à la fréquence de 3.6 GHz.

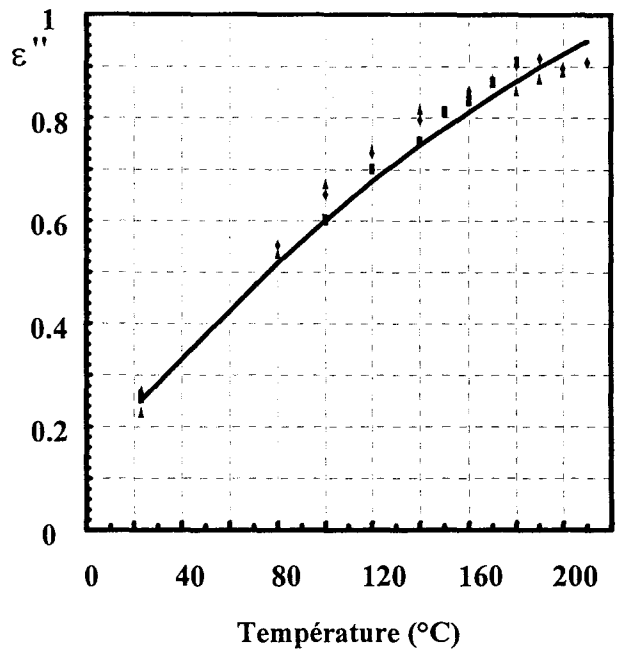
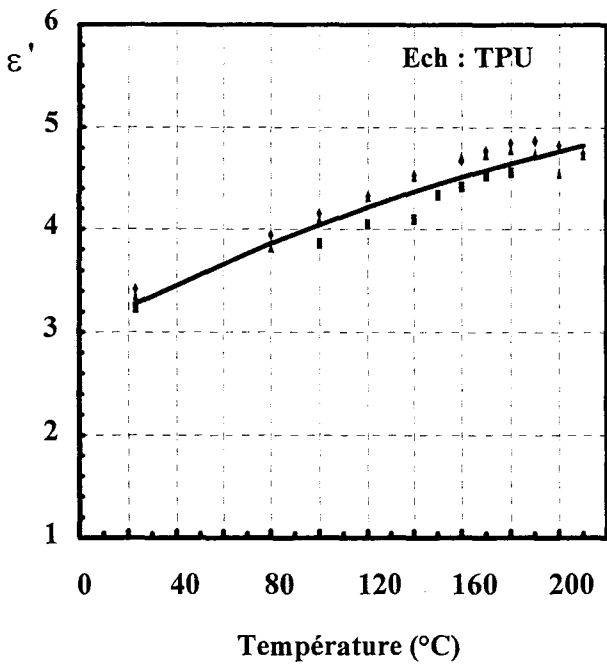


Figure IV-21 : Permittivités réelle et imaginaire du TPU en fonction de la température (trois séries de mesures) à la fréquence de 3.6 GHz.

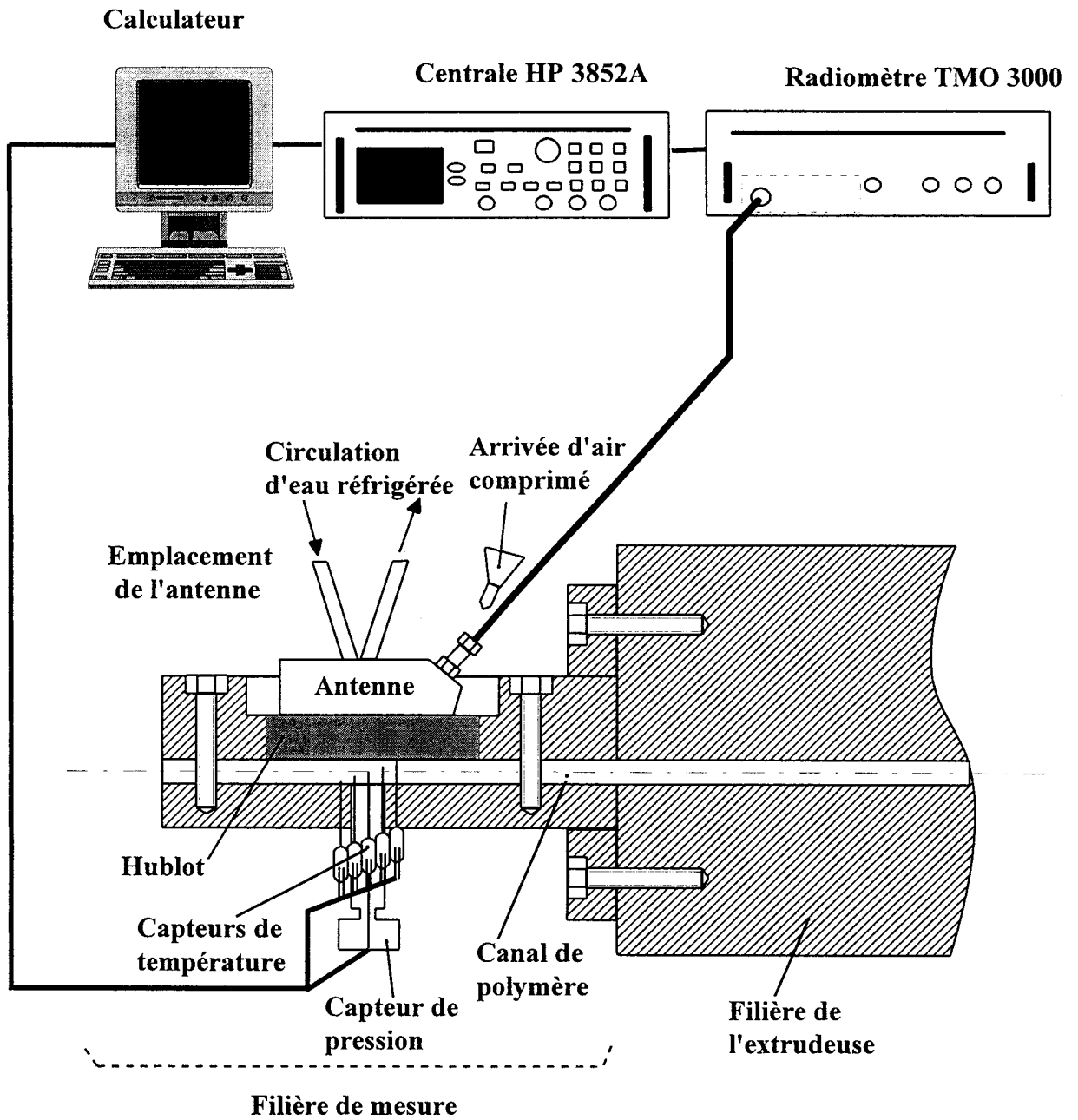


Figure IV-22 : Schéma de principe du système de mesure monté sur une filière d'extrudeuse.

légende : —○— Profil mesuré  
 — Profils supérieur et inférieur calculés

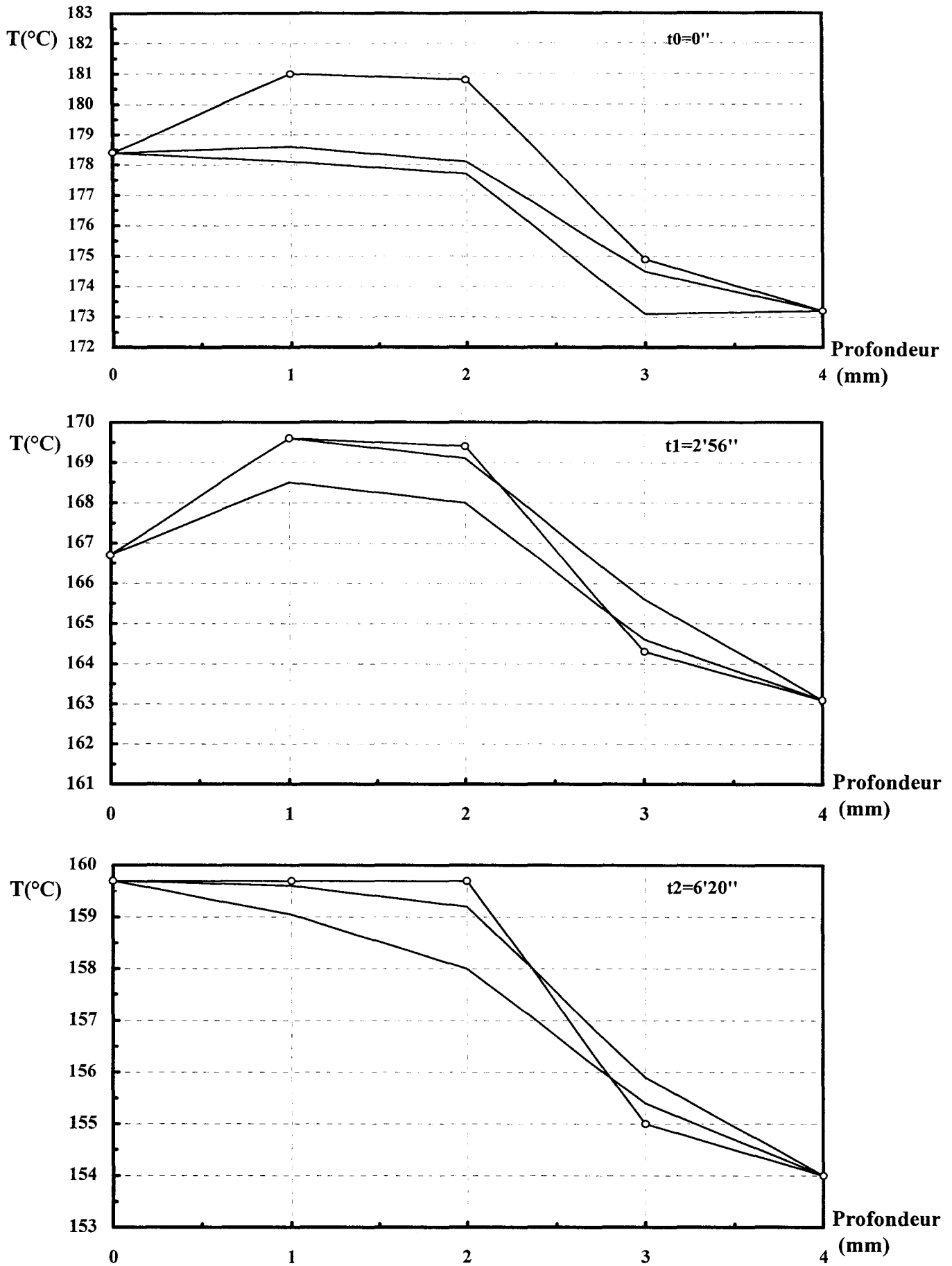


Figure IV-23 : Représentation de l'évolution au cours du temps de la dynamique de refroidissement mesurée et calculée.

couche d'épaisseur  $dz$  et d'abscisse  $z$  dans le canal de polymère est donnée par la relation suivante :

$$dP_c = \frac{1}{2} \omega \epsilon_0 \mu_0 \epsilon''(z) |E(z)|^2 T(z) \Delta f k_b dz \quad (\text{IV-3})$$

où  $\epsilon''(z)$  représente les pertes du polymère à la température  $T(z)$ .

$|E(z)|$  est l'amplitude du champ électrique complexe calculée par résolution de l'équation de Helmotz :

$$\frac{\partial^2 E(z)}{\partial z^2} + \omega^2 \epsilon_0 \mu_0 \epsilon^*(z) E(z) = 0 \quad (\text{IV-4})$$

$\Delta f$  et  $\omega$  représentent la bande passante et la pulsation centrale du radiomètre,  $k_b$  est la constante de Boltzman.

La puissance totale captée s'obtient par intégration sur toute l'épaisseur du canal.

$$P_c = \int_0^{\text{ép}} dP_c \quad (\text{IV-5})$$

Le profil thermique s'obtient par comparaison des puissances radiométriques mesurées et calculées par ce modèle. Sur la figure IV-23, nous donnons un exemple de reconstruction de profil pour le polyuréthane (TPU) en phase de refroidissement après chauffage à 180°C. L'algorithme détermine par itérations successives deux profils qui encadrent avec une précision satisfaisante le profil mesuré dans le canal. La précision des profils d'encadrement pourra être améliorée par enrichissement de la base de donnée.

# **BIBLIOGRAPHIE**

## **Chapitre IV**

- [1] L. PREVORS :  
" Application de la Radiothermométrie Micro-ondes à la mesure de gradients thermiques au sein des procédés de transformation des polymères"  
Thèse de doctorat, Lille, 10 Décembre 1996.
- [2] W. OBENDRAUF, C. KUKLA, R. LEOBEN :  
" Quik Measurement of Temperature with IR Sensors "  
Kunststoffe German Plastics 83, 12, 1993, pp 971 - 974.
- [3] L. PREVORS, J. PABIOT :  
" La Radio thermométrie Micro-Ondes et la transformation des polymères "  
Matériaux & Techniques N°12, 1994.
- [4] Y. LEROY :  
" Radiométrie et thermographie micro-ondes "  
Les techniques de l'ingénieur R3030.
- [5] M. CHIVÉ :  
" Use of microwave for hyperthermia monitoring and as basis for thermal dosimetry "  
Methods of hyperthermia control Reprints, 1990.
- [6] E. CONSTANT, J. VINDEVOGHEL, P. A. ROLLAND, Y. LEROY, M. CHIVÉ :  
" Les capteurs hyperfréquences "  
L'onde Electrique., Vol 74, n°2, Mars-avril 1994.
- [7] L. DUBOIS:  
" Contribution à l'étude des applicateurs en structure plaquée utilisés en hyperthermie micro-ondes - Détermination du diagramme de rayonnement en champ proche "  
Thèse de doctorat, Lille, Fevrier 1991.

- [8] A. J. CURTIS :  
" Dielectric properties of polymeric systems "  
Progress in Dielectrics., Edited by J. B. BIRKS, J. H. SCHULMAN  
Wiley, New York, vol 2, 1960, pp 31 - 76.
- [9] a) J. C. DUBOIS :  
" Généralités sur les propriétés électriques des polymères "  
Propriétés électriques des polymères et applications, vol 9, Chap I, pp 1 -62.
- b) J. C. DUBOIS :  
" Plastiques - Propriétés diélectriques "  
Les techniques de l'ingénieur A3140.
- [10] P. HEDVIG :  
" Dielectric Spectroscopy of Polymers "  
Wiley, New York, 1977.
- [11] S. HAVRILIAK, S. NEGAMI :  
" A Complex Plane Analysis of  $\alpha$ - Dispersions in Some Polymer Systems "  
J. Polymer Sci., part C, n°14, 1966, pp 99 - 117.
- [12] H. SASABE, S. SAITO :  
" Dielectric Relaxations and Electrical Conductivities of Poly(alkyl Methacrylates)  
under High Pressure "  
J. Polymer Sci., part A-2, vol 6, 1968, pp 1401 - 1418.
- [13] G. WILLIAMS :  
" Molecular aspects of multiple dielectric relaxation processes in solid polymers "  
Adv. in Polymer Science, 33, Springer Verlag, Berlin (1979)

- [14] M. L. WILLIAMS, R. F. LANDEL, J. D. FERRY :  
J. Am. Chem. Soc., 77, 1955, pp 3701.
- [15] S. SAITO, H. SASABE, T. NAKAJIMA, K. YADA :  
" Dielectric Relaxation and Electrical Conduction of Polymers as function of Pressure and temperature "  
J. Polymer Sci., part A-2, vol 6, 1968, pp 1297 - 1315.
- [16] J. H. HOFFMAN :  
" The Mechanical and Electrical Properties of Polymers : An Elementary Molecular Approach "  
I.R.E transactions on component parts., vol 10, June 1957, pp 527-551.
- [17] J. I KROSHWITZ :  
" Electrical and Electronic Properties of Polymers: A State-of-the Art Compendium "  
Encyclopedia Reprints Series, John Wiley&Sons, 1989.
- [18] A. DYSON :  
" Some aspects of the Motion of Chain Segments in Plasticized Polyvinyl Chloride.  
I- Dielectric Relaxation of Plasticized Polyvinyl Chloride "  
J. Polymer Sci., vol 7, 1951, pp 133 - 145.
- [19] M. CALAMIA, E. BUTTA, V. FROSINI :  
" Use of the dielectrometer for determination of the complex dielectric constant in the microwave region in organic high polymers at various temperatures "  
J. Appl. Polymer. Sci., 1966, pp 1067 - 1088.



- [20] V. FROSINI, E. BUTTA, M. CALAMIA :  
" Dielectric Behavior of Some High Polymers at Ultra-High Frequencies  
(Microwaves) "  
J. Appl. Polymer. Sci., vol 10, 1967, pp 527 - 551.
- [21] L. DUBOIS, V. SAGOT, J. J. FABRE, M. CHIVÉ :  
" Rapport sur la réalisation d'une antenne et d'un logiciel destinés au contrôle non  
invasif de la température au sein des polymères en phase d'extrusion "  
Compte rendu de fin d'étude (Financement par l'école des Mines de Douai), Mai 1995.

## **Conclusion Générale**

## **Conclusion générale**

Le travail présenté dans ce mémoire porte sur le développement de nouvelles techniques diélectriques à larges gammes de fréquences et de températures et leur application aux matériaux biologiques et aux polymères thermoplastiques.

Dans un premier temps, nous avons mis au point le dispositif expérimental. Afin d'automatiser les mesures, nous avons utilisé deux analyseurs d'impédances commerciaux (5 Hz - 1 GHz) et un analyseur de réseaux dans la gamme des micro-ondes (100 MHz - 40 GHz). Nous avons utilisé et adapté différentes cellules de mesure du type dipôle (cellules "pastille" et coaxiales) et quadripôle (cellules coaxiales et guide d'ondes rectangulaire). Ces cellules permettent la caractérisation de matériaux solides, liquides et pulvérulents conditionnés sous forme de pastille cylindrique, manchon coaxial ou parallélépipède. Pour les mesures en température (jusque 200 °C), une transition thermique en acier inoxydable a été réalisée. Les méthodes de calcul de la permittivité complexe sont différentes suivant que la cellule est considérée à constantes localisées ou à constantes réparties. En réflexion/transmission, nous avons développé, pour les cellules coaxiales et guide d'onde rectangulaire, une nouvelle procédure de calcul de la permittivité complexe applicable aux matériaux purement diélectriques (appelée "nouvelle méthode non itérative"). Celle-ci présente l'avantage d'éliminer les pics d'imprécision observés pour les méthodes classiques (méthodes NRW et Stuchly) dans le cas des matériaux faibles pertes. Une étude comparative montre que la précision de cette nouvelle procédure de calcul de la permittivité complexe est équivalente à celle obtenue par la méthode itérative proposée par Baker-Jarvis.

La première application des techniques développées concerne les matériaux biologiques, en particulier, les différents tissus d'une carcasse de bovin. L'objectif de cette étude est la réalisation d'un capteur micro-ondes de reconnaissance pour automatiser la découpe dans un abattoir. Les mesures ont été effectuées à l'aide des cellules coaxiales et guides d'ondes rectangulaire pour des températures voisines de celles des chambres froides.

## *Conclusion générale*

Nous obtenons un recouplement des mesures avec celles effectuées à l'aide d'une sonde coaxiale ouverte à l'I.N.R.A. de Clermont-Ferrand. Nous avons étudié l'influence de plusieurs paramètres (température, anisotropie, effets de cycle thermique, vieillissement) afin de préciser les conditions expérimentales de mesure. En particulier, nous avons montré qu'une variation de température de 5°C a peu d'influence sur les permittivités dans la gamme des micro-ondes. Par contre, l'anisotropie liée à la structure en fibres des muscles est relativement importante. Pour cette raison, nous n'avons étudié par la suite, qu'une seule orientation (champ électrique perpendiculaire aux fibres). Les résultats montrent que la méthode diélectrique permet la distinction des tissus de différentes natures et l'existence d'une fenêtre en fréquences (située entre 500 MHz et quelques GHz) moins perturbée par les mécanismes de type Maxwell-Wagner d'une part et le domaine de relaxation de l'eau d'autre part. Des premiers essais de réalisation d'un capteur de reconnaissance montrent la faisabilité du dispositif.

La deuxième application concerne l'étude des propriétés diélectriques de différents polymères thermoplastiques utilisés dans le domaine de l'extrusion. Une étude à larges gammes de fréquences et de températures de deux polymères PVC et PVCP (plastifié) met en évidence les domaines de relaxation liés aux mécanismes  $\alpha$  dans la phase viscoélastique et  $\beta$  dans les phases gelée et viscoélastique. Les spectres diélectriques du PVCP s'expliquent par l'abaissement de la température de transition vitreuse liée à la plastification. Dans la gamme des micro-ondes, les spectres diélectriques sont le prolongement de ceux obtenus à plus basses fréquences et ne montrent pas de nouveaux mécanismes. Ces résultats ont contribué à la réalisation d'un système radiothermométrique pour la reconstruction du profil thermique d'un polymère en cours de transformation.

Les prolongements possibles de ce travail sont les suivants :

- étendre les mesures à plus hautes fréquences jusqu'à 110 GHz.
- appliquer la méthode "non itérative" à d'autres types de cellules, notamment les lignes plaquées qui permettent la caractérisation de films en couche mince.

## *Conclusion générale*

- compléter l'étude sur la congélation-décongélation en vue de la réalisation d'un système permettant la détection de produits ayant été congelés.

- étudier les propriétés diélectriques d'autres tissus biologiques, par exemple les tissus d'ovins.

- compléter les études théoriques sur les polymères à partir des spectres diélectriques larges bandes de fréquences et de températures pour mieux comprendre la dynamique moléculaire dans ces matériaux.

*ANNEXES*

**Annexe 1 : Application de la méthode de Newton Raphson au calcul de la permittivité par la méthode itérative de Baker-Jarvis.**

La méthode proposée par Baker-Jarvis consiste à résoudre l'équation transcendante suivante (II-26) (cf. § 2-3-4) :

$$\frac{1}{2} \{ [S_{12} + S_{21}] + \beta [S_{11} + S_{22}] \} = \frac{T(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2T^2} + \beta \frac{\Gamma(1-T^2)}{1-\Gamma^2T^2} \quad (A1-1)$$

Où les  $S_{ij}$  représentent les paramètres mesurés de la matrice de répartition et  $\Gamma$  et  $T$  représentent respectivement la première réflexion et le coefficient de transmission dans le matériau. L'originalité de cette méthode réside dans le paramètre  $\beta$  qui peut être ajusté suivant le matériau à caractériser (avec ou sans pertes) de façon à optimiser la précision des mesures. Le matériau doit être obligatoirement non magnétique ( $\mu^* = \mu_{\text{eff}}^* = 1$ ).

Après avoir remplacé  $T$  et  $\Gamma$  par les expressions A1-2 et A1-3, nous obtenons l'équation A1-4. Nous avons introduit la permittivité effective pour que la méthode soit applicable aux cellules coaxiale et guide d'ondes rectangulaire (cf. § 2-4-3).

$$\Gamma = \frac{1 - \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^*}}{1 + \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^*}} \quad (A1-2)$$

$$T = \exp(-j \frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^*} d) \quad (A1-3)$$

$$\begin{aligned} \frac{1}{2} \{ [S_{12} + S_{21}] + \beta [S_{11} + S_{22}] \} &= \frac{j2\sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^*}}{j(1 + \epsilon_{\text{eff}}^*) \sin(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^*} d) + 2\sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^*} \cos(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^*} d)} \\ &+ \beta \frac{j(1 - \epsilon_{\text{eff}}^*) \sin(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^*} d)}{j(1 + \epsilon_{\text{eff}}^*) \sin(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^*} d) + 2\sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^*} \cos(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\epsilon_{\text{eff}}^*} d)} \end{aligned} \quad (A1-4)$$

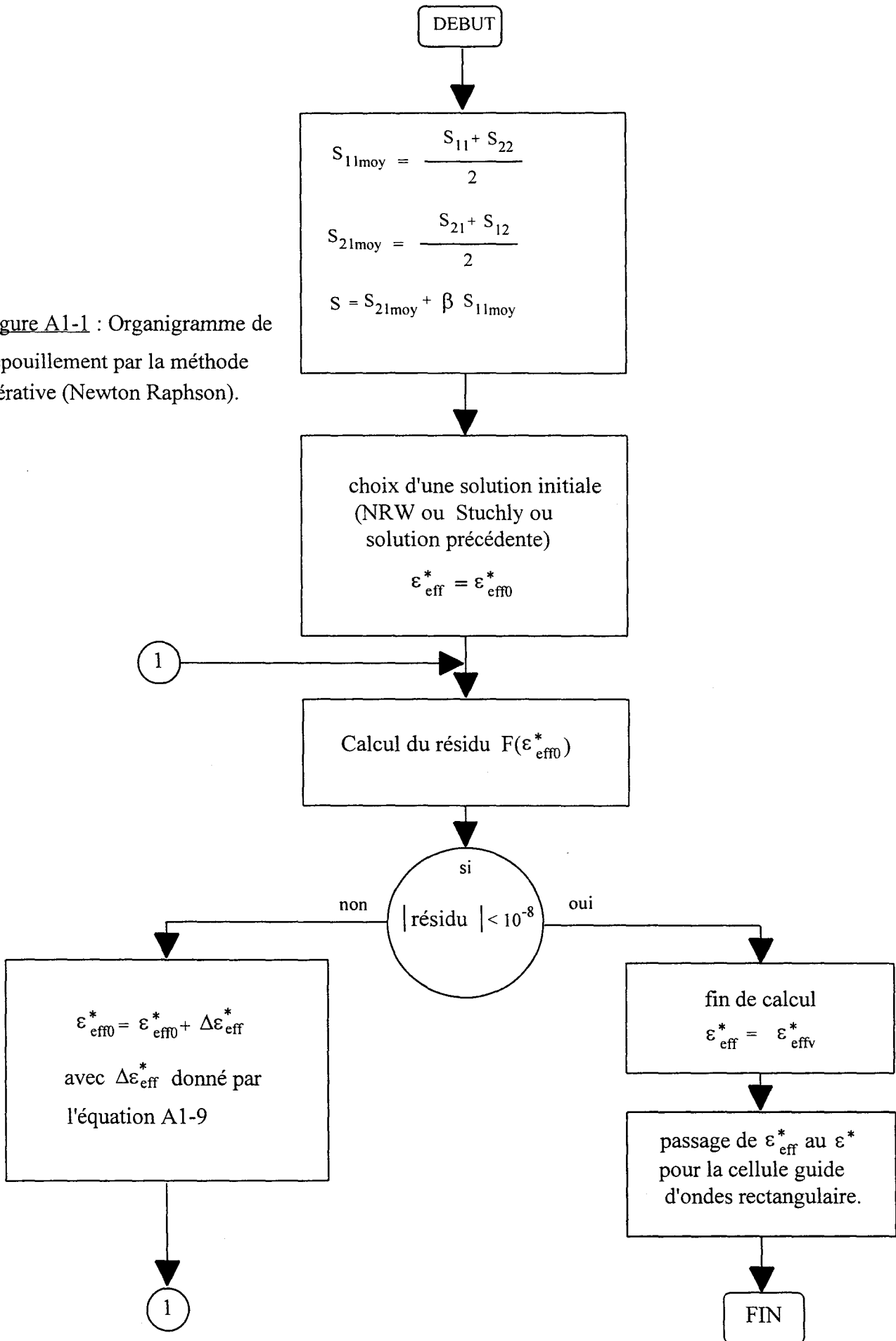


Figure A1-1 : Organigramme de dépouillement par la méthode itérative (Newton Raphson).



L'équation à résoudre peut s'écrire sous la forme suivante :

$$F(\varepsilon_{\text{eff}}^*) = F_1 + F_2 - \frac{1}{S} = 0 \quad (\text{A1-5})$$

$$\text{avec } F_1 = \frac{j(1 + \varepsilon_{\text{eff}}^*) \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right)}{2\sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} + \beta j(1 - \varepsilon_{\text{eff}}^*) \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right)} \quad (\text{A1-6})$$

$$F_2 = \frac{2\sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right)}{2\sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} + \beta j(1 - \varepsilon_{\text{eff}}^*) \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right)} \quad (\text{A1-7})$$

$$S = \frac{1}{2} \{ [S_{12} + S_{21}] + \beta [S_{11} + S_{22}] \} \quad (\text{A1-8})$$

La résolution de l'équation (A1-5) est effectuée en utilisant la méthode de Newton Raphson.

L'organigramme correspondant est donné figure A1-1.

La variation de  $\varepsilon_{\text{eff}}^*$  entre deux itérations est :

$$\Delta \varepsilon_{\text{eff}}^* = - \frac{F(\varepsilon_{\text{eff}}^*)}{\left( \frac{\partial F}{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*} \right)_{\varepsilon_{\text{eff}}^*}} \quad (\text{A1-9})$$

$$\text{avec } \frac{\partial F}{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*} = \frac{\partial F_1}{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*} + \frac{\partial F_2}{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*} \quad (\text{A1-10})$$

$$\frac{\partial F_1}{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*} = \frac{j(1 + \varepsilon_{\text{eff}}^*) \frac{2\pi d}{\lambda_{\text{og}}} \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right) + j \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right) \left[ 2\sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} - \frac{(1 - \varepsilon_{\text{eff}}^*)}{\sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*}} \right] - 2\beta \sin^2\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right)}{\left[ 2\sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} + \beta j(1 - \varepsilon_{\text{eff}}^*) \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right) \right]^2}$$

$$(\text{A1-11})$$

$$\frac{\partial F_2}{\partial \varepsilon_{\text{eff}}^*} = \frac{-j\beta(1-\varepsilon_{\text{eff}}^*) \frac{2\pi d}{\lambda_{\text{og}}} - 2\sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} \frac{2\pi d}{\lambda_{\text{og}}} \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right) + j\beta \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right) \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right) \frac{(1+\varepsilon_{\text{eff}}^*)}{\sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*}}}{\left[2\sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} + j\beta(1-\varepsilon_{\text{eff}}^*) \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda_{\text{og}}} \sqrt{\varepsilon_{\text{eff}}^*} d\right)\right]^2}$$

(A1-12)

L'inconvénient de cette méthode est que la solution initiale doit être choisie suffisamment proche de la valeur exacte pour assurer la convergence de l'algorithme. Dans notre cas, pour le premier point en fréquence nous choisissons la solution obtenue par la méthode Stuchly ou NRW. Nous choisissons ensuite la solution du point en fréquence précédent.

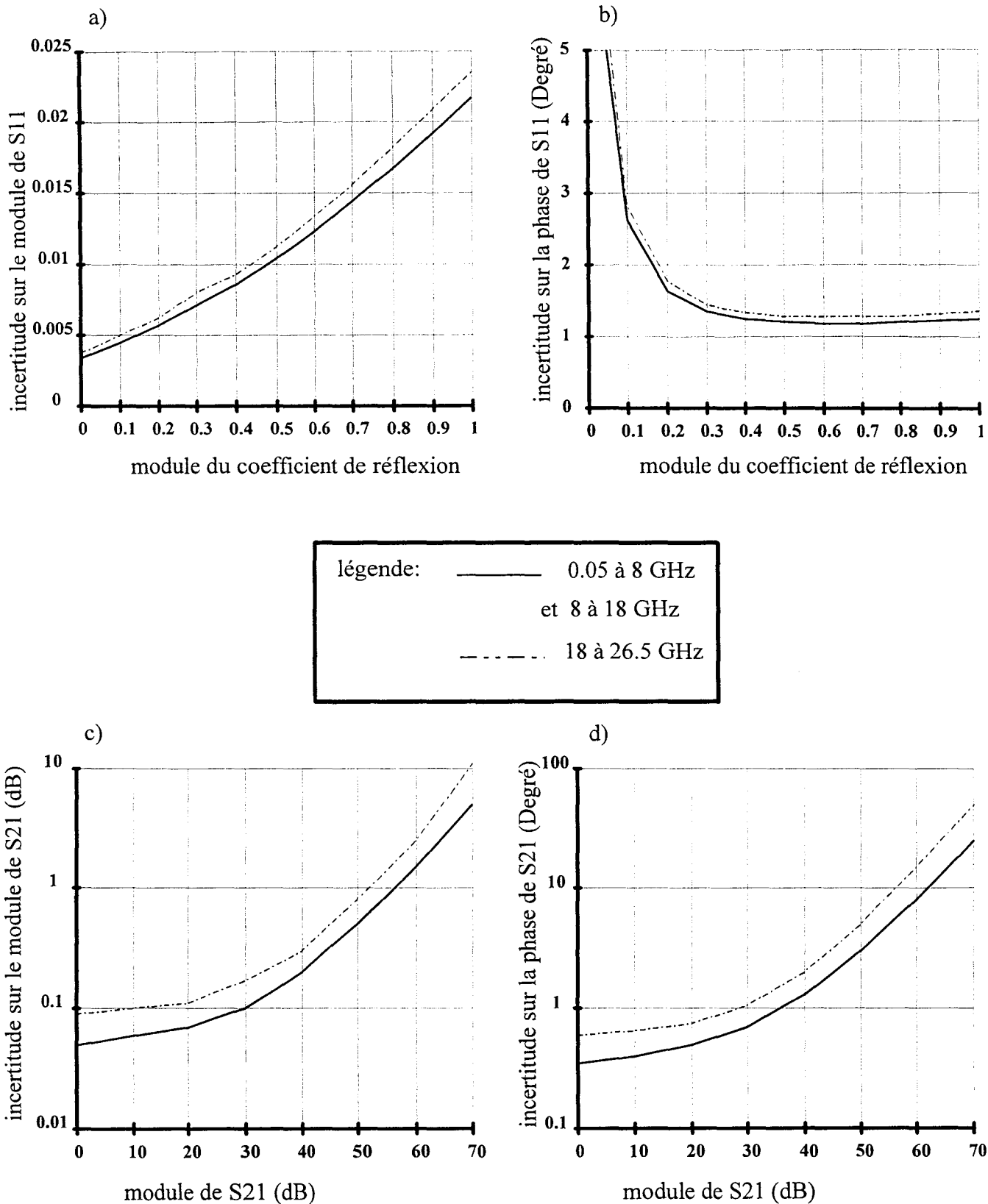


Figure A2-1 : incertitudes maximales sur S11 et S21 en module et phase (APC 7mm) sur HP 8510.

## **Annexe 2 : Précision sur la mesure des paramètres [S] à l'analyseur de réseaux HP 8510B.**

Dans cette annexe, nous présentons les courbes constructeur donnant la précision de l'analyseur de réseaux HP 8510B. Ces données ont été utilisées pour l'étude de précision du chapitre II. Cette précision est liée aux sources d'erreurs aléatoires qui ne sont pas prises en compte dans le calibrage (termes d'erreurs résiduels). Les graphiques représentent (figure A2-1) l'incertitude maximale en module et phase pour les mesures des paramètres en réflexion ( $S_{11}$  et  $S_{22}$ ) et en transmission ( $S_{21}$  et  $S_{12}$ ).

L'erreur sur le module de  $S_{11}$  (figure A2-1a) montre une évolution linéaire. Pour un module du coefficient de réflexion  $|S_{11}|$  supérieur à 0.4, elle est de 2.5 %. l'erreur augmente peu pour un coefficient de réflexion plus faible.

La figure A2-1b présente une allure quasi-hyperbolique. Ainsi pour un module du coefficient de réflexion supérieur à 0.1 (-20 dB), l'incertitude sur la phase reste inférieure à 4 °. La représentation sur abaque de Smith (figure A2-2) met en évidence (partie hachurée) la zone où l'incertitude sur  $S_{11}$  et  $S_{22}$  est la plus importante. En effet, la partie hachurée correspond aux valeurs de  $S_{11}$  ou  $S_{22}$  pour lesquelles l'incertitude est importante.

Les courbes représentant les incertitudes sur le module et la phase des paramètres de transmission montrent (figures A2-1c et A2-1d) que les mesures sont correctes pour des coefficients de transmission supérieur à -50 dB. Néanmoins, de telles valeurs sont peu fréquentes lors de la caractérisation de matériaux.

### **BIBLIOGRAPHIE :**

[A2-1] "Spécifications des performances du système analyseur de réseaux HP 8510B"

Notice technique Hewlett Packard.

[A2-2] B. DONECKER:

"Accuracy predictions for new generation network analyser"

Microwave Journal, June 1984, pp 127 - 141.

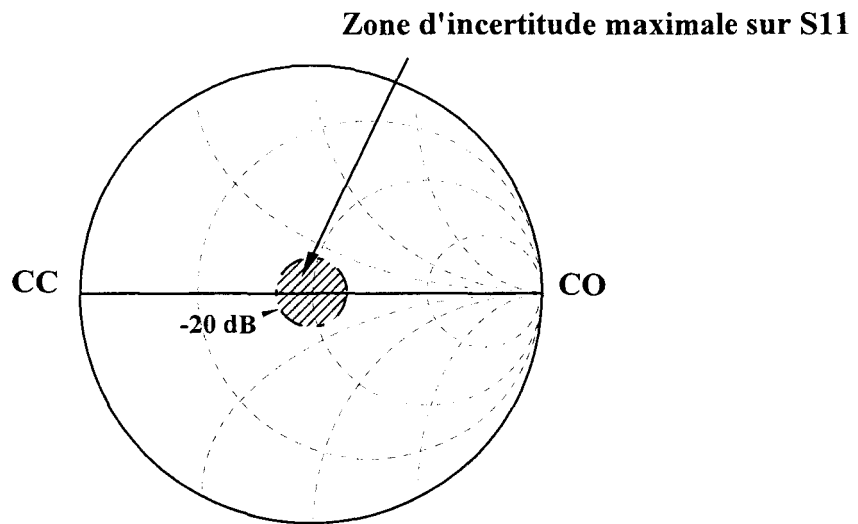


Figure A2-2: Représentation sur abaque de Smith de la zone d'incertitude maximale sur S11.

**Annexe 3 : Précision de la mesure de la permittivité complexe à partir de la méthode itérative de Baker-Jarvis.**

Dans cette annexe, nous exposons la méthode proposée par Baker-Jarvis pour estimer la précision de la méthode itérative que nous avons utilisé dans le chapitre II. Nous allons nous limiter au cas  $\beta = 0$  applicable aux matériaux faibles pertes. La permittivité complexe est alors calculée à partir du paramètre  $S_{21} = |S_{21}|e^{j\theta_{21}}$ .

A partir des relations (II-7) et (II-8), nous pouvons écrire :

$$\frac{\Delta \varepsilon'}{\varepsilon'} = \frac{1}{\varepsilon'} \sqrt{\left( \frac{\partial \varepsilon'}{\partial |S_{\alpha}|} \Delta |S_{\alpha}| \right)^2 + \left( \frac{\partial \varepsilon'}{\partial \theta_{\alpha}} \Delta \theta_{\alpha} \right)^2 + \left( \frac{\partial \varepsilon'}{\partial d} \Delta d \right)^2} \quad (\text{A3-1})$$

$$\frac{\Delta \varepsilon''}{\varepsilon''} = \frac{1}{\varepsilon''} \sqrt{\left( \frac{\partial \varepsilon''}{\partial |S_{\alpha}|} \Delta |S_{\alpha}| \right)^2 + \left( \frac{\partial \varepsilon''}{\partial \theta_{\alpha}} \Delta \theta_{\alpha} \right)^2 + \left( \frac{\partial \varepsilon''}{\partial d} \Delta d \right)^2} \quad (\text{A3-2})$$

où  $\alpha = 11$  ou  $21$  ;  $\Delta |S_{\alpha}|$ ,  $\Delta \theta_{\alpha}$  et  $\Delta d$  sont respectivement les incertitudes sur l'amplitude, la phase des paramètres scattering et la longueur de l'échantillon. Les dérivées partielles figurant dans les équations A3-1 et A3-2 sont données par les expressions suivantes :

$$\frac{\partial \varepsilon^*}{\partial |S_{21}|} = \frac{[1 - \Gamma^2 \Gamma^2] \exp(j\theta_{21})}{Q} \quad (\text{A3-3})$$

$$\frac{\partial \varepsilon^*}{\partial \theta_{21}} = j |S_{21}| \frac{\partial \varepsilon^*}{\partial |S_{21}|} \quad (\text{A3-4})$$

$$\frac{\partial \varepsilon^*}{\partial d} = -C \frac{[(1 - \Gamma^2) + 2 S_{21} \Gamma^2 T]}{Q} \quad (\text{A3-5})$$

où :

$$Q = 2A\Gamma T [S_{21} T - 1] + B [(1 - \Gamma^2) + 2 S_{21} \Gamma^2 T] \quad (\text{A3-6})$$

avec

$$A = \frac{\partial \Gamma}{\partial \varepsilon^*} = \frac{\omega^2}{2\gamma_0\gamma_1 c^2} \frac{1}{\left(1 + \frac{\gamma_1}{\gamma_0}\right)} \left[ 1 + \frac{1 - \frac{\gamma_1}{\gamma_0}}{1 + \frac{\gamma_1}{\gamma_0}} \right] \quad (\text{A3-7})$$

$$B = \frac{\partial T}{\partial \varepsilon^*} = \frac{d\omega^2 T}{2c^2 \gamma_1} \quad (\text{A3-8})$$

Pour comparer les précisions de cette méthode et celles de la méthode non itérative (cf. § II-4-4), un logiciel de simulation a été développé au laboratoire prenant en compte ces différentes expressions.

#### BIBLIOGRAPHIE :

[A3-1] J. BAKER-JARVIS, E. J. VANZURA, W. A. KISSICK:

"Improved technique for determining complex permittivity with the Transmission / Reflection method."

IEEE MTT, vol. 38, n°8, August 1990, pp 1096-1103.

## TRAVAUX DE RECHERCHE : PUBLICATIONS

- **Non iterative stable Transmission/Reflection method for complex permittivity determination**

A. Boughriet, C. Legrand, A. Chapoton

IEEE Transactions on MTT, vol. 45, n°1, January 1997, pp 53 - 59.

- **Sur une méthode de caractérisation diélectrique non itérative en "Transmission - Réflexion" pour matériaux faibles pertes**

A. Boughriet, C. Legrand, A. Chapoton

présentation orale aux : 1<sup>ères</sup> Journées Franco-Marocaines sur les Microondes et Leurs Applications (JFMMA).

Rabat - Maroc 28-30. Mai 1996.

- **Application de la radiothermométrie microondes à la mesure de gradients thermiques dans la transformation des polymères**

L. Prevors, A. Boughriet, V. Tessier, L. Dubois, M. Chivé, J. Pabiot

présentation orale aux : 1<sup>ères</sup> JFMMA.

Rabat - Maroc 28-30. Mai 1996.

- **Caractérisation diélectrique de tissus biologiques de carcasse de bovin en vue de la réalisation d'un capteur hyperfréquence de reconnaissance**

A. Boughriet, C. Legrand, A. Chapoton, J. L. Damez, P. Tournayre

présentation orale au colloque : "Hertzian Optics and Dielectrics (OHD95)"

Saragosse - Espagne du 6 au 8. Sept 1995.

- **Mesures diélectriques sur des tissus biologiques de carcasse de bovin - rapport concernant la faisabilité d'un capteur permettant la distinction entre tissu conjonctif et muscle**

A. Boughriet, C. Legrand, A. Chapoton

V. Sagot, L. Dubois, J.J. Fabre, M. Chivé

Rapport de contrat M.R.E. (I.N.R.A), Décembre 1994

- **Sur une méthode "transmission-réflexion" à traitement non itératif pour la détermination de la permittivité complexe de matériaux diélectriques.**

A. Boughriet, C. Legrand, A. Chapoton

3<sup>èmes</sup> Journées de Caractérisation Microonde et Matériaux (J.C.M.M)

Brest du 18 au 21 Octobre 1994.

- **Mesures en propagation guidée des paramètres électromagnétiques de matériaux dans la gamme de fréquences 45 MHz - 40 GHz.**

J. Hinojosa, L. Faucon, C. Legrand, A. Boughriet, A. Chapoton

présentation orale aux 2<sup>èmes</sup> Journées d'études Caractérisation microonde des matériaux (J.C.M.M)

Arcachon du 7 au 9 Octobre 1992.



## RESUME

Actuellement, les hyperfréquences sont de plus en plus utilisées dans les applications industrielles : capteurs actifs ou passifs, traitements thermiques, etc.. Ces applications nécessitent de connaître la permittivité complexe des matériaux sous investigation. Ces dernières années, la caractérisation de divers matériaux a nécessité le développement de nouvelles méthodes de mesure.

Notre travail s'inscrit dans ce cadre et porte sur la mise au point de nouvelles techniques de caractérisation diélectrique à larges bandes de fréquences et de températures applicables aux matériaux biologiques et aux polymères thermoplastiques.

Nous avons utilisé et adapté différentes cellules de mesure du type dipôle (cellules "pastille" et coaxiales) et quadripôle (cellules coaxiales et guides rectangulaire). Une nouvelle méthode de calcul de la permittivité complexe applicable aux matériaux purement diélectrique a été développée. Elle élimine les imprécisions observées pour les matériaux à faibles pertes et présente une précision équivalente à la méthode itérative proposée par Baker-Jarvis.

Les méthodes développées ont été utilisées pour la caractérisation de tissus biologiques d'une carcasse de bovin. L'objectif de cette étude est la réalisation d'un capteur micro-ondes de reconnaissance pour automatiser la découpe dans un abattoir. Les résultats obtenus montrent la faisabilité du dispositif.

Une deuxième application concerne l'étude des propriétés diélectriques de différents polymères thermoplastiques utilisés dans le domaine de l'extrusion. Une étude à larges gammes de fréquences et de températures a mis en évidence différents mécanismes de relaxation. Ces résultats ont contribué à la reconstruction du profil thermique d'un polymère en cours de transformation à partir d'un système radiothermométrie micro-ondes.

## ABSTRACT

At present, microwaves are widely used in industrial applications : active and passive sensors, thermal treatment, etc ... These applications need to determine the complex permittivity of materials under investigation. In the last years, materials characterization has needed the development of new measurement methods.

Our work interests with large frequency and temperature ranges technics applicable to biological tissues and thermoplastic polymers.

We have used and adapted different one-port and two-port measurement cells (pellet, coaxial and rectangular wave guide cells). A new complex permittivity calculus method applicable to dielectric materials has been developed. For low-loss materials, this method is stable over the whole frequency range and the accuracy on the dielectric permittivity is similar to that obtained with the iterative method proposed by Baker-Jarvis.

These technics are used to characterize bovine carcass biological tissues. This study shows the feasibility of a microwave sensor to discriminate different biological tissues for cut automatisation in a slaughterhouse.

A second application concerns the dielectric properties study of different thermoplastics polymers used in manufacturing domain. Measurements are made in large band of frequencies and temperatures and show different relaxation process. These results have contributed to polymer thermal profile reconstruction with using a microwave radiothermometric system.

### Mots Clés

Permittivité complexe  
Caractérisation diélectrique  
Tissu biologique  
Polymère thermoplastique  
Mécanisme de relaxation  
Micro-ondes

### Key words

Complex permittivity  
Dielectric Characterization  
Biologic tissue  
Thermoplastic polymer  
Mechanism of relaxation  
Microwaves

