



THÈSE

Pour obtenir le grade de

Docteur d'Aix Marseille Université

Mention

Instrumentation

École doctorale Physique et Sciences de la Matière n° 352

Présentée par

Thibaut LETERTRE

**ETUDE DES COMPORTEMENTS ELECTROMAGNETIQUES
DES MATERIAUX EN FONCTION DE LA TEMPERATURE
POUR MODELISER L'IMPACT DES ECHAUFFEMENTS
GENERES PAR LES FROTTEMENTS DE L'AIR SUR UN
AERONEF LORS D'UN VOL A VITESSE ELEVEE.**

Soutenance le 18 novembre 2019 devant le jury composé de :

Philippe DESCAMPS	Rapporteur
Vincent LAUR	Rapporteur
Habiba OUSLIMANI	Examinatrice
Pierre Marie JACQUART	Examineur
Hervé TORTEL	Examineur
Philippe POULIGUEN	Examineur
Pierre SABOUROUX	Directeur de thèse
Carole JEGOU	Invité
Benoît BERTON	Invité

*An heni na avantur netra nà koll nà gounid ne ra
Celui qui ne risque rien ne perd ni ne gagne*

Remerciements

Tout d'abord, je tiens à remercier très particulièrement mon directeur de thèse Pierre Sabouroux, pour m'avoir donné la chance de réaliser cette thèse de doctorat. Ces trois années m'ont permis de découvrir un univers professionnel restreint qui est la caractérisation de matériaux et ont été pour moi la meilleure expérience professionnelle. Je ne le remercierai jamais assez de m'avoir enseigné autant de choses et de m'avoir soutenu dans tout ce que j'ai entrepris.

J'aimerais remercier la Direction Générale de l'Armement ainsi que Aix-Marseille Université pour m'avoir fait confiance dans la réalisation de cette thèse en cofinçant ces 3 dernières années et particulièrement Philippe Pouliguen et Carole Jegou pour avoir suivi de près mes travaux et m'avoir conseillé tout au long de ce doctorat.

J'adresse tous mes remerciements à Vincent Laur et Philippe Descamps, mes rapporteurs de cette thèse qui ont effectué un travail considérable et m'ont permis de soutenir mon doctorat. Sans oublier Habiba Ouslimani, Pierre Marie Jacquart, Hervé Tortel, Philippe Pouliguen pour s'être rendu disponible et avoir accepté de participer à mon jury de thèse en tant qu'examinateur. Je suis également très heureux d'avoir invité Carole Jegou et Benoit Berton à ma soutenance et les remercie grandement d'avoir accepté.

Je tiens à exprimer mes plus sincères reconnaissances à Redha Abdeddaim. Sans lui la partie 2 du deuxième chapitre n'aurait jamais pu voir le jour. Il m'a donné l'opportunité de poursuivre ses travaux de recherche à ce sujet. De plus, le nouveau banc de mesure présenté dans cette thèse existe aujourd'hui grâce lui et notamment grâce aux nombreuses idées et conseils qu'il a pu me donner durant ces 3 années.

Au début de ma thèse j'ai pu étroitement collaborer avec Luisa Neves anciennement en thèse avec Pierre Sabouroux. Je tiens très particulièrement à la remercier pour le temps qu'elle a pu me consacrer afin de m'aider à bien démarrer ma thèse et la confiance qu'elle m'a donnée dans la collaboration que nous avons pu avoir notamment sur mon premier article. Même après sa soutenance elle n'a pas hésité à continuer de m'aider sur certains points et agir en tant qu'amie et même plus qu'en tant que collègue, pour cela je ne la remercierai jamais assez.

J'aimerais remercier Johann Berthelot, postdoc au laboratoire durant les 2 premières années de ma thèse, qui n'a pas hésité une seconde lorsque j'avais besoin d'aide théorique ou pratique. Collègue et ami, c'est grâce à sa forte implication dans des projets sur lesquels je rencontrais des difficultés que ma thèse s'est bien déroulée. Je ne peux également que le remercier de m'avoir fait découvrir une passion que nous avons maintenant en commun : l'impression 3D.

What can I say, if not thank you to Essam Heggy and Elizabeth palmer from JPL who gave me the opportunity to work on really interesting project like study of ice water in polar area. Thank you for the good advice you gave me and for introducing me to your research areas. Thank you for the wonderful collaboration we have had.

Je remercie bien sûr tous les membres du laboratoire et principalement le service administratif qui m'a permis de réaliser cette thèse dans les meilleures conditions ainsi que de partir en conférence sans me soucier réellement de toutes les modalités. J'adresse particulièrement mes remerciements à Frédérique Forestier qui malgré son travail conséquent au laboratoire et à l'université a été de très bon conseil et surtout pour m'avoir fait découvrir et apprécier la passion de la moto qui est bien ancrée maintenant en moi.

Je tiens à remercier également Nicolas, collègue au début de ma thèse et ami ensuite pour m'avoir amené une aide personnelle et professionnelle, m'avoir accompagné dans mes

travaux de recherches lorsqu'il était alternant au laboratoire et bien évidemment pour avoir été un ami de bon conseil même en dehors du travail.

De même j'aimerais remercier, mon amie Anaïs qui m'a toujours aidé pendant ces trois années de thèse d'un point de vue professionnel ou personnel. Elle m'a permis de tenir bon même dans les moments les plus difficiles et surtout m'a toujours suivi et aidé pour mettre en œuvre mes objectifs.

On garde souvent le meilleur pour la fin, et je finirais donc par remercier mes parents et bien sûr, toute ma famille en générale qui a été là du début à la fin pour me soutenir, m'aider, me réconforter, me motiver ou encore me bousculer. Sans eux et sans leur présence je n'en serais pas arrivé là et encore moins à écrire ces mots. Merci pour tout.

Résumé

L'interaction entre les ondes électromagnétiques et la matière en général est devenue un phénomène omniprésent dans tous les domaines. Ces interactions dépendent de la forme mais aussi des conditions du milieu de propagation ainsi que des propriétés physico-chimiques des matériaux présents. Les propriétés physico-chimiques qui régissent d'une manière générale les interactions ondes/matières sont globalement² une grandeur diélectrique liée au champ électrique, à savoir la permittivité diélectrique et une grandeur liée au champ magnétique à savoir la perméabilité magnétique. Chaque matériau possède une valeur de permittivité et une valeur de perméabilité. Ces deux grandeurs complexes présentent dans la plupart des cas une dispersion fréquentielle. C'est jusqu'à aujourd'hui cette dispersion qui est étudiée. Cependant, ces grandeurs peuvent aussi présenter une dispersion en fonction d'une autre grandeur physique, à savoir la température. Cette dispersion est, jusqu'à aujourd'hui très rarement étudiée et donc très rarement prise en compte dans les diverses modélisations des interactions ondes/matières que l'on retrouve par exemple dans le domaine de l'aéronautique où les variations de températures peuvent être très importantes. Ces grandes variations peuvent impacter le comportement de l'appareil (niveau de discrétion radar, rayonnements des antennes...). En effet, les matériaux utilisés dans la conception d'aéronefs comme les revêtements, peuvent présenter des dispersions de leurs grandeurs électromagnétiques en fonction de la température ce qui peut impacter les niveaux de discrétion radar rendant ainsi vulnérable un aéronef en vol opérationnel. Ces variations de températures peuvent être générées par soit les frottements avec l'air dans le cadre de vols à hautes vitesses, soit par la proximité de sources de chaleurs directes comme des tuyères de moteurs à réactions ou sorties d'échappements.

Les objectifs principaux de ce projet sont de concevoir des systèmes de mesure en larges bandes de fréquences de caractéristiques électromagnétiques de matériaux simultanément en fonction de la fréquence et de la température. Au-delà de ce travail de recherche de cette thèse, les résultats seront transposables à d'autres cas soit à températures modérées comme des températures biologiques pour suivre des processus d'évolution des permittivités de certains tissus en fonction d'une variation de température locale et précise soit à températures plus élevées comme pour le suivi RFID de dispositifs soumis à des températures élevées.

Abstract

The interaction between electromagnetic waves and matter has become an omnipresent phenomenon in all fields. These interactions depend on the shape but also on the conditions of the propagation environment and on the physicochemical properties of the present materials. The physicochemical properties that generally manage wave/matter interactions are generally a dielectric quantity related to the electric field, namely the dielectric permittivity and a quantity related to the magnetic field, namely the magnetic permeability. Each material has a permittivity value and a permeability value. These two complex quantities have in most cases a frequency dispersion. It is this dispersion that is being studied to this day. However, these quantities may also have a dispersion as a function of another physical quantity, namely temperature. This dispersion is, until now, very rarely studied and therefore very rarely taken into account in the various models of wave/matter interactions found, for example, in the field of aeronautics where temperature variations can be very significant. These large variations can impact the behavior of the device (radar discretion level, antenna radiation, etc.). Indeed, the materials used in the design of aircraft such as coatings can exhibit dispersions of their electromagnetic quantities as a function of temperature, which can impact radar discretion levels, making an aircraft vulnerable in operational flight. These temperature variations can be generated by either friction with the air during high-speed flights or by the proximity of direct heat sources such as jet engine nozzles or exhaust outlets.

The main objectives of this project are to design measurement systems in wide frequency bands of electromagnetic characteristics of materials simultaneously as a function of frequency and temperature. Beyond this research work of this thesis, the results will be transposable to other cases either at moderate temperatures such as biological temperatures to follow processes of evolution of permittivity of certain tissues according to a local and precise temperature variation or at higher temperatures as for RFID monitoring of devices subjected to high temperatures.

TABLE DES MATIERES

Résumé	7
Abstract.....	8
Introduction	12
Chapitre I. Etat de l’art de la caractérisation de matériaux	16
1. Permittivité diélectrique et perméabilité magnétique	16
2. Rappel des techniques de caractérisation de matériaux	17
3. Principe général de chauffage	21
Chapitre II. Techniques de mesure des grandeurs Electromagnetiques	24
1. Optimisation de la technique de « de-embedding »	24
a. Principe	26
b. Modèle mathématique.....	26
c. Résultats et Comparaisons	29
d. Conclusion	34
2. Mesures hautes fréquences	35
a. Modèle initial.....	35
b. Modèle mathématique.....	38
c. Validation expérimentale	45
d. Conclusion	49
3. Estimation de l’incertitude de mesure.....	51
a. Erreurs sur le calcul de « de-embedding »	54
b. Erreurs sur le calcul de la permittivité et perméabilité.....	55
c. Mesures	55
d. Conclusion	57
4. Discussion et conclusion	59
Chapitre III. Caractérisation de matériaux en température.....	60
1. Banc de mesure moyenne température	61
a. Présentation des deux systèmes de mesure	62
b. Procédé de mise en température.....	64
c. 1ères mesures en température	70

Manuscrit de thèse

Validation sur des liquides	70
Application à des Mélanges	76
d. Mesure sur des matériaux magnéto-diélectrique.....	79
e. Conclusion et perspectives	85
2. Banc de mesure très haute température (THT)	87
a. Descriptif du banc de mesure THT	87
Descriptif du système de chauffage.....	90
Nouvelle cellule de mesure.....	91
Connecteurs à connexion temporaire	94
b. Mesures à températures ambiantes	99
c. Mesures à températures plus élevées	107
Jusqu'à 100°C.....	107
Les limites du banc de mesure.....	111
d. Conclusion et perspectives	112
3. Mesures très basses températures	113
a. Introduction et applications	113
b. Méthode de mesure	114
c. Résultats	116
d. Conclusion et perspectives	117
4. Conclusion	118
Conclusion.....	120
Liste de Publications	124
Articles de journaux, RICL.....	124
Articles de conférences	124
Annexes.....	126
Annexe 1 : Méthode de Newton Raphson	126
Annexe 2 : Programme arduino.....	128
Annexe 3 : Calibrage TRL	128
BIBLIOGRAPHIE	138

Introduction

L'étude des interactions entre les ondes électromagnétiques et la matière passe par la condition *sine qua non* de la connaissance des grandeurs électromagnétiques des matériaux impliqués dans ces interactions. Ces grandeurs, qui sont intrinsèques aux matériaux considérés, sont globalement au nombre de deux. Une première grandeur en lien avec le champ électrique, à savoir la permittivité diélectrique et la seconde, en lien avec le champ magnétique, à savoir la perméabilité magnétique. Ces deux grandeurs physiques, qui sont des grandeurs complexes, présentent des dispersions fréquentielles et thermiques. Le premier cas de dispersion est étudié depuis des décennies mais le deuxième cas de dispersion reste très confidentiel avec très peu de références disponibles dans la littérature. C'est principalement sur ce deuxième cas de dispersion, que vont se focaliser les travaux de recherche.

Ainsi donc, dans le domaine spectral des hyperfréquences, ces deux grandeurs bien distinctes qui sont la permittivité diélectrique et la perméabilité magnétique définissent chaque matériau. Chacune des deux grandeurs correspond à la réponse d'un champ électrique et/ou magnétique appliqué sur le matériau correspondant.

Ces caractéristiques électromagnétiques sont liées à la structure moléculaire des matériaux et plus précisément à la répartition des charges dans ceux-ci. On considère ces propriétés comme les propriétés macroscopiques des matériaux et représentant ainsi le matériau étudié dans son ensemble. Elles dépendent d'une part, de plusieurs autres grandeurs physico-chimiques intrinsèques au matériau comme sa densité, sa résistivité, et d'autre part, de toute propriété physique environnementale comme la température, la pression, ou encore l'humidité... Chaque grandeur physique extérieure nécessite une étude spécifique...

Dans le cas de ce projet, les grandeurs physiques extérieures sont la fréquence ET la température. En effet, les applications premières visées sont des applications aéronautiques avec l'étude des interactions entre les ondes électromagnétiques sur une large bande spectrale utilisées par les radars et la température. De plus, la dispersion des grandeurs électromagnétiques en fonction de la fréquence de matériaux constitutifs des avions est assez bien connue. Cependant la dispersion en fonction de la température l'est beaucoup moins. L'impact de cette seconde dispersion peut être extrêmement important en rendant vulnérable l'avion en zone de couverture radar hostile... Cette vulnérabilité pourrait être due à la perte de performances à températures élevées des matériaux absorbants électromagnétiques recouvrant certaines parties critiques de l'appareil, ou à la modification des caractéristiques de transparence des radômes de protection des antennes de l'avion modifiant alors les caractéristiques de rayonnements des différentes antennes (radar, météo, télécom, télémétries, géolocalisation ...). Les zones critiques des avions sont situées sur les parties exposées à la friction maximale avec l'air comme la partie avant, les bords d'attaques des plans horizontaux et verticaux, et sur les parties à proximité des sources de chaleur directes comme les sorties de tuyères ou d'échappements ... Les gammes de températures rencontrées sont comprises entre les températures positives ou négatives au sol lorsque l'appareil est immobile et en altitude lorsque l'appareil est en vol souvent supersonique. Il n'est pas rare de rencontrer des températures de l'ordre d'une centaine de degrés (alors que l'extérieur est autour de -55° à 10000 m d'altitude) et quelques centaines de degrés voire plus, pour les parties à proximité des sources de chaleur directes.

Pour aborder la détermination de ces dispersions caractéristiques électromagnétiques, il est nécessaire d'avoir un système de mesure permettant de faire varier la fréquence du signal

électromagnétique en contrôlant précisément la température du dispositif dans lequel est positionné un échantillon de matériau à étudier. Pour répondre à cette double variation fréquence et température, le système étudié dans ce projet repose sur une première partie qui correspond à un projet de thèse antérieur. Toute la partie fréquentielle est étudiée à partir d'un banc développé à l'institut Fresnel ces dernières années. Ce banc basé sur l'utilisation de lignes de propagation dans lesquelles sont insérés des échantillons de matériaux. La géométrie de ces lignes de propagation est donc coaxiale pour avoir une largeur spectrale d'étude maximale. Une partie de la ligne appelée cellules de mesure coaxiale est adaptée géométriquement et électromagnétiquement aux différentes natures de matériaux à étudier (solide, liquide ou poreux). Ce concept de cellule coaxiale, *EpsiMu*, a fait l'objet de dépôts de brevets et d'un transfert technologique avec la société *Multiwave Innovation*. Grâce à un système de cloisonnement de l'échantillon, la cellule peut confiner dans un volume déterminé tous les types de matériaux. Le domaine spectral est fixé par les dimensions géométriques de la cellule. Celle qui sera communément utilisée dans ce travail présente un diamètre extérieur principal de 13mm ; de ce fait cette cellule sera communément nommée *Cellule 13mm*. La seconde géométrie utilisée dans ce travail a un diamètre plus faible, 7mm, pour fonctionner comme nous le verrons ultérieurement, jusqu'à des fréquences plus élevées que la *Cellule 13mm*.

Dans ce projet, deux approches ont été observées dans deux gammes de température, à savoir, une première dont la température est inférieure à une centaine de degrés utilisant deux cellules de mesure, la *Cellule 13mm* ainsi qu'une deuxième de 7mm de diamètre (*Cellule 7mm*), puis une pour les températures beaucoup plus hautes à savoir supérieures à deux cents degrés. Cette deuxième approche a nécessité de concevoir un banc totalement nouveau avec une cellule adaptée et des solutions particulièrement innovantes.

L'application initiale reste l'application aéronautique décrite précédemment mais d'autres applications sont apparues tout au long de ce travail, à savoir les applications chimiques et biomédicales. En effet, le suivi des réactions chimiques dans bien des cas exothermiques comme des phénomènes de polymérisations, pourrait se faire via un sondage électromagnétique si les grandeurs diélectriques et magnétiques étaient bien connues suivant le paramètre température. L'application biomédicale est de plus en plus importante dans le cas de compréhension des phénomènes de thermo-ablations assistés par micro-ondes et aussi pour mieux comprendre les modélisations des variations de SAR (ou DAS, Débits d'Absorption Spécifiques). La compréhension physique de tous ces phénomènes ne pourra être complète que si la double dispersion spectrale/température est connue avec précision.

L'ensemble de ces travaux de thèse est organisé autour de 3 chapitres principaux. Le premier décrit l'état de l'art dans le domaine de la caractérisation de matériaux en se focalisant plus sur les techniques utilisant des lignes de propagation coaxiales en soulignant les avantages et inconvénients. Après cet état de l'art, toujours dans le même chapitre, une description des différentes cellules de mesures et des moyens de chauffage génériques est présentée. Enfin le principe de la mesure vectorielle est repris en se focalisant sur la problématique de la connaissance de la phase dans les signaux vectoriels impliqués dans ce type de mesures.

Dans le deuxième chapitre, les solutions technologiques retenues et appliquées aux différents bancs de mesures sont décrites et argumentées. Ce chapitre concentre les différentes problématiques mathématiques qui sont apparues : de la méthode d'obtention d'une matrice S d'un matériau sous-test à la technique de calcul de la permittivité et de perméabilité ; nous reprenons chaque méthode pour les améliorer. Deux problématiques se sont posées, comment

mesurer précisément des faibles permittivités induisant de faibles mesures de transmission et enfin comment obtenir des mesures à hautes fréquences avec les mêmes dimensions d'échantillons. C'est autour de ces deux problématiques que nous proposons dans cette thèse des solutions mathématiques afin d'y répondre. Nous proposons enfin un modèle d'estimation d'incertitude pour le banc de mesure basé sur la cellule 13mm.

Enfin dans le troisième chapitre, les résultats expérimentaux sont présentés et discutés. Une dernière partie, un peu à part des mesures à hautes températures mais parfaitement complémentaires à savoir des mesures à très basses températures sont présentées. Ces tests sont corrélés à une collaboration avec des physiciens géologues ayant des besoins de caractérisation de dispersion thermique couvrant les domaines entre des températures négatives et des températures hautes, voire très hautes. Dans cette dernière partie tout le protocole et les solutions techniques sont décrites pour effectuer des mesures jusqu'à -40°C .

Ce travail de thèse entre dans un projet soutenu et cofinancé par la **Direction Générale de l'Armement (DGA)** et **Aix Marseille Université (AMU)**.

CHAPITRE I. ETAT DE L'ART DE LA CARACTERISATION DE MATERIAUX

1. Permittivité diélectrique et perméabilité magnétique

Dans le cas général un objet peut être caractérisé par sa masse, sa densité, sa viscosité sa résistivité, sa taille ou encore sa température. Chacune de ces grandeurs physiques correspond à une valeur mesurée ou calculée permettant de le représenter. Dans le cas d'un matériau on retrouve les mêmes types de grandeurs. Plus précisément lors de l'interaction entre une onde électromagnétique et un matériau, les grandeurs physiques associées sont la permittivité, la perméabilité ou encore l'indice de réfraction. Dans le cas où la fréquence de l'onde est comprise entre quelques MHz et quelques dizaines de GHz (domaine des hyperfréquences) on parlera alors de la permittivité diélectrique et de la perméabilité magnétique. Elles correspondent respectivement aux réponses du matériau au champ électrique et au champ magnétique de l'onde incidente. Ces grandeurs sont complexes et dépendent de la fréquence de l'onde émise. Elles peuvent être écrites sous la forme :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^* = [\boldsymbol{\varepsilon}'_R - j\boldsymbol{\varepsilon}''_R]\boldsymbol{\varepsilon}_0 = \boldsymbol{\varepsilon}_R^* \boldsymbol{\varepsilon}_0 \quad (\text{I-1})$$

Et

$$\boldsymbol{\mu}^* = [\boldsymbol{\mu}'_R - j\boldsymbol{\mu}''_R]\boldsymbol{\mu}_0 = \boldsymbol{\mu}_R^* \boldsymbol{\mu}_0 \quad (\text{I-2})$$

Où ε_0 et μ_0 sont respectivement la permittivité et perméabilité du vide. Avec $\varepsilon_0 = \frac{1}{36\pi} 10^{-9} F/m$ et $\mu_0 = 4\pi 10^{-7} H/m$. ε_R^* et μ_R^* sont la permittivité et la perméabilité relative complexe du matériau. Parler de caractérisation de matériaux concerne en règle générale la détermination ou le calcul de ε_R^* et μ_R^* ; on parle alors de spectroscopie diélectrique.

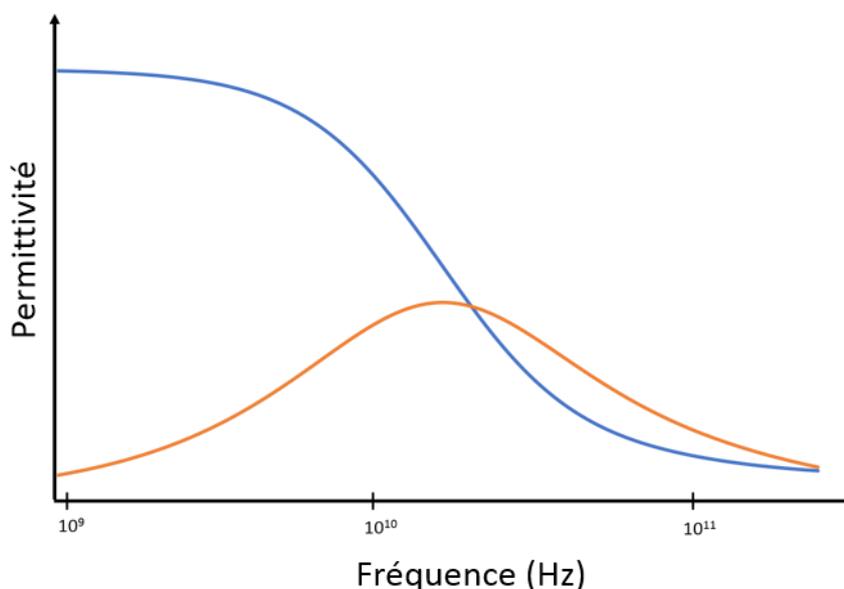


Figure 1 Représentation de divers mécanismes diélectriques en fonction de la fréquence

La spectroscopie diélectrique est définie comme l'ensemble des méthodes de mesure de propriétés diélectriques d'un matériau. Le choix de ces méthodes dépend généralement de

l'application visée. En effet les valeurs de permittivité et de perméabilité peuvent changer avec la fréquence. Ceci oblige le développement de bancs de mesure de caractéristiques électromagnétiques spécifiques à certaines bandes de fréquences et donc à des applications données. Dans certains cas, les variations de ces grandeurs répondent à des phénomènes bien connus comme la relaxation pour les liquides [1], [2] (cf. **Figure 1**) et permettent d'extrapoler les mesures.

Hormis les propriétés de l'onde émise, les conditions dans lesquelles le matériau se trouve sont importantes. La température, la pression et l'humidité et une série d'autres paramètres peuvent modifier les propriétés électromagnétiques du matériau. Il est donc nécessaire de prendre ces paramètres en compte lors des mesures. Lors de cette thèse nous nous sommes particulièrement intéressés à l'impact de la température sur les matériaux et les solutions de mise en température de systèmes de caractérisation électromagnétique de matériaux déjà existants.

2. Rappel des techniques de caractérisation de matériaux

La caractérisation directe d'un matériau est impossible : il n'existe pas d'appareil dévolu seulement à ce type de grandeurs. De ce fait, la seule façon de mesurer sa propriété électromagnétique est de réaliser une mesure indirecte. La méthode la plus simple est d'éclairer un matériau à l'aide d'une onde électromagnétique et de mesurer la réflexion et la transmission obtenues. Dans la plupart des cas, une onde électromagnétique est émise grâce à une antenne sur un matériau, de façon à propager l'onde dans une direction orthogonale à sa surface. De plus les matériaux étudiés sont généralement de grande dimension devant la taille de l'antenne d'émission.

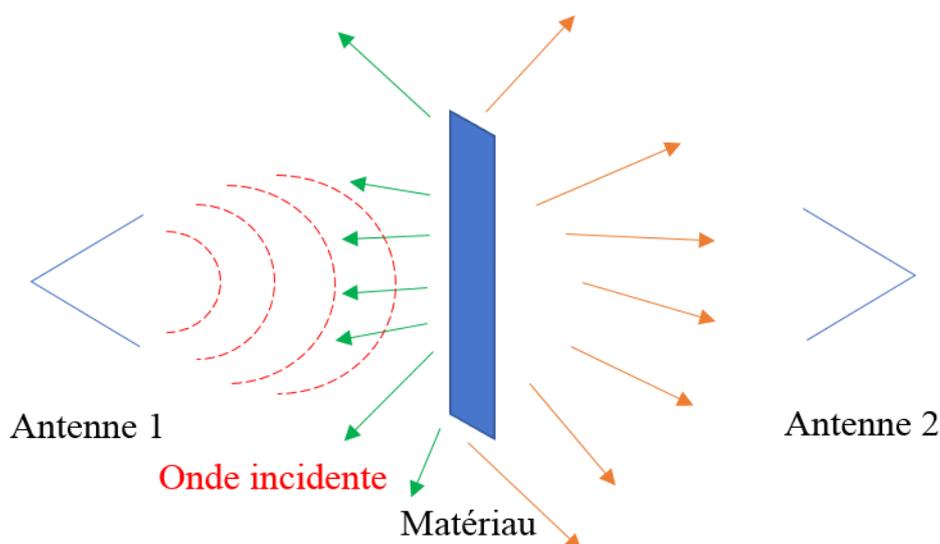


Figure 2 Schéma simplifié de la caractérisation d'un matériau en espace libre.

L'onde incidente provenant de l'antenne est ensuite réfléchi et transmise puis mesurée par une deuxième antenne (**Figure 2**). Ce principe permet de prendre en compte les caractéristiques électromagnétiques du matériau. Le matériau n'étant pas de taille infinie la géométrie de celui-ci modifie également la mesure. Dans le cas où le matériau est sphérique, ces effets sont diminués mais l'environnement extérieur de mesure devient alors très important. En effet cela permet de diminuer les effets de bords que l'on peut alors observer.

Afin de contrôler cet environnement extérieur et surtout de mieux contrôler la propagation de l'onde, trois familles de techniques de caractérisation électromagnétique peuvent être citées. La propagation libre qui demande une maîtrise parfaite de l'environnement de mesure en chambre anéchoïque ou bien encore en chambre réverbérante [3]. A partir des mesures avec et sans échantillon, il est possible de déterminer les grandeurs électromagnétiques de celui-ci.

Les systèmes résonnants permettent de cloisonner un échantillon dans une enceinte métallique. La dimension de cette enceinte et sa géométrie permettent alors d'obtenir des résonances à des fréquences précises et d'obtenir avec un échantillon, ses propriétés électromagnétiques. Ces deux dernières familles ne seront pas explicitées dans la thèse.

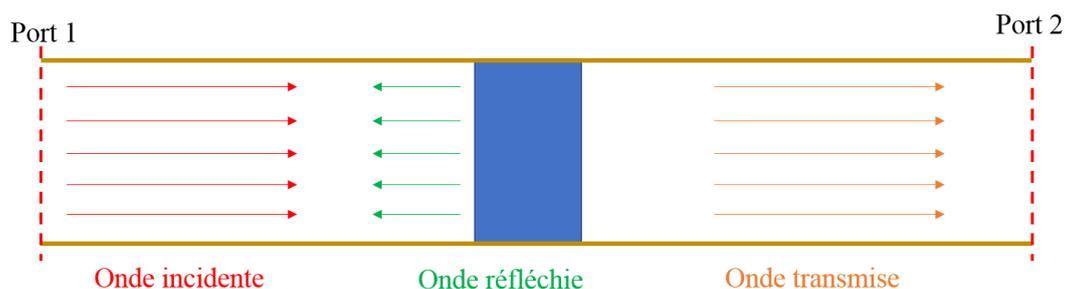


Figure 3 Schéma simplifié de la caractérisation d'un matériau dans un système à propagation guidée métallique. En orange, se trouve les parois métalliques du guide et en bleu, l'échantillon à étudier.

Enfin la troisième famille concerne la propagation guidée (**Figure 3**). Le principe de mesure est de faire passer un courant dans un guide métallique de façon à créer un champ électromagnétique à l'intérieur de celui-ci. La propagation de l'onde est alors unidirectionnelle. L'échantillon est ensuite placé à l'intérieur du guide, sur le trajet de l'onde. Cette onde est alors perturbée créant une réflexion et une transmission. On retrouve dans cette famille 4 techniques de mesure : la ligne rectangulaire, la sonde capacitive ou sonde à effet de bout, la ligne micro-ruban et enfin la ligne coaxiale.

Dans le cas de chaque famille, les mesures effectuées sont dites vectorielles. Autrement dit l'onde réfléchie ou transmise est mesurée en termes d'amplitude et de phase. Dans le cas de la propagation guidée, la propagation de l'onde sur une distance donnée génère une diminution de l'amplitude et une modification de la phase. La présence d'un matériau a donc également un impact sur ces deux paramètres de l'onde. Il est donc nécessaire de connaître la valeur de l'amplitude de l'onde et de sa phase avant et après l'échantillon (**Figure 4**). La connaissance de ces dernières est le point clé de la caractérisation de matériaux et surtout la principale source d'erreurs de ce type de système de mesure.

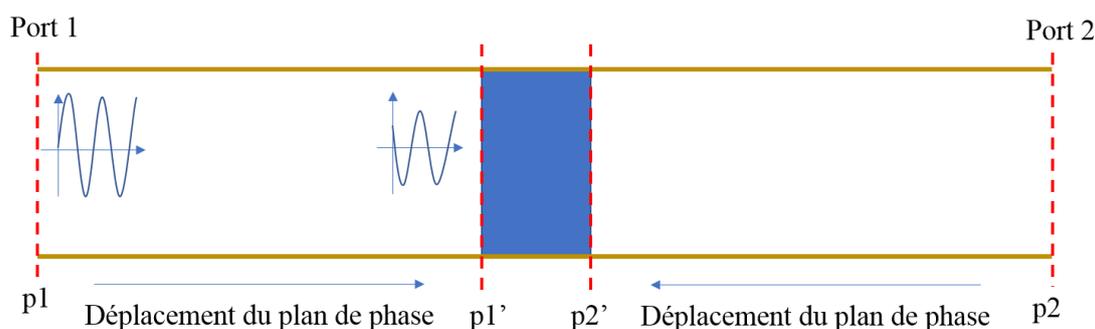


Figure 4 Schéma représentant la problématique du plan de phase.

Dans la **Figure 4** est représenté un échantillon (en bleu) positionné à une distance donnée du port 1 et du port 2 de l'analyseur de réseau. Les mesures d'amplitude et de phase données par l'analyseur de réseau sont donc celles obtenues au niveau des plans de phase notés p_1 et p_2 . Cette mesure donne donc accès à une mesure d'une matrice S et donc à une mesure de transmission (Port 1 vers Port 2) et de réflexion (Port 1 vers Port 1) de la cellule complète.

Pour pouvoir déterminer les propriétés électromagnétiques du matériau présent dans le système de mesure, il est nécessaire d'obtenir seulement la transmission et la réflexion au sein du matériau. Cela revient à mesurer la matrice S entre les plans de phase p_1' et p_2' . Le fait de passer du plan de phase p_1 au plan de phase p_1' et donc symétriquement plan de phase p_2 au plan de phase p_2' revient à faire un déplacement de plans de phase autrement appelé le « *de-embedding* ». Dans la suite de cette thèse une étude plus approfondie de cette technique est réalisée.

La plupart des bancs de mesure ont été développés dans le but d'obtenir simplement la permittivité à contrario certains sont destinés à la mesure de perméabilité ou plutôt de susceptibilité magnétique. Les différents moyens de mesure ont été très bien développés dans de nombreux articles, dont celui du Dr Krupka [4], ou des thèses [5], [6]. On retrouve dans le tableau ci-dessous une synthèse avec une liste non exhaustive de différentes techniques utilisées avec leurs avantages et inconvénients (**Tableau 1**).

Méthode	Avantages	Inconvénients	Références
<i>Espace libre</i>	Large bande	Cout élevé Réglages géométriques délicats	[7], [8]
<i>Cavité résonnante</i>	Précision de mesure Mesurer des petits échantillons	Quasi-monochromatique	[9], [10]
<i>Ligne rectangulaire</i>	Relativement simple à mettre en œuvre.	Bande étroite des guides rectangulaires Gaps d'airs importants Précision limitée	[11]–[13]
<i>Ligne coaxiale</i>	Large bande de fréquence. Manipulation	Précision limitée Usinage d'échantillon	[14], [15]
<i>Sonde capacitive</i>	Large bande de fréquence	Gaps d'airs importants Précision limitée	[16], [17]
<i>Micro-ruban</i>	Faible encombrement	Gaps d'airs importants	[18]

Tableau 1 Tableaux de synthèse de différentes techniques de spectroscopie diélectrique

Chaque technique de mesure possède ses avantages et ses inconvénients. Dans notre application principale, l'aéronautique, il est nécessaire de couvrir une bande spectrale importante et d'atteindre des fréquences de l'ordre de 20GHz couvrant ainsi les bandes radar classiques. Cependant les applications civiles de la thèse nous ont amenés à regarder des fréquences plus basses. Le choix d'une ligne coaxiale s'est donc présenté. De plus, les lignes coaxiales sont très adaptées pour l'ajout des systèmes supplémentaires, tels que des systèmes de chauffages.

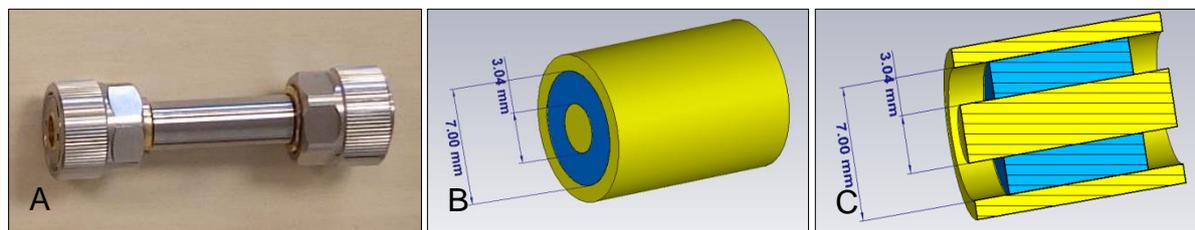


Figure 5 A : Photo de la cellule coaxiale de diamètre 7mm. B et C : Dimensions de la cellule 7mm dans l'environnement de simulation CST Microwave Studio (centre et droite).

Dans le cadre de la thèse nous avons travaillé sur l'adaptation d'un système de thermorégulation sur des cellules coaxiales déjà validées. Ces cellules ont été réalisées dans notre laboratoire. La première est une cellule coaxiale de 7mm de diamètre extérieur dans laquelle on peut insérer un échantillon de matériau solide [15]. Le diamètre de 7mm de la cellule permet de réaliser des mesures jusqu'à 18GHz en théorie. Cette cellule sera appelée la cellule 7mm dans la suite de la thèse.



Figure 6 A : Photo de la zone de confinement de l'échantillon (Porte échantillon). B : Photo de la cellule 13mm assemblée avec les connecteurs PC7. C : Coupe de la cellule 13mm dans l'environnement de simulation CST Microwave Studio.

La deuxième cellule de mesure est une cellule de 13mm de diamètre extérieur [19] (**Figure 6**). Elle est basée sur un système de porte échantillon de façon à cloisonner un échantillon dans un espace confiné. La cellule possède une adaptation de diamètre entre celui des connecteurs (7mm) et la zone échantillon (13mm) grâce à des zones coniques, de manière à agrandir la zone utile de l'échantillon sous test. Les dimensions de la cellule limitent la fréquence maximale d'utilisation à 10GHz. Son porte échantillon spécifique est réalisé afin d'accueillir tous les types de matériaux (solides, gels, poudre etc...). Ce dernier avantage nous a conforté sur l'utilisation de cette cellule lors de la thèse pour les applications civiles (biomédicale, radar de sol ou GPR : *Ground Penetrating Radar*). Pendant ces travaux de recherche nous avons étudié l'impact des zones coniques situées de part et d'autre du porte échantillon qui peuvent poser certains problèmes lors d'études de matériaux à très faibles indices. La technique de « *de-embedding* » introduite plus haut a donc été revue dans son ensemble pour cette cellule. Faisant l'objet d'un transfert technologique dans la société *Multiwave Innovation*, nous avons gardé une licence nous permettant d'utiliser celle-ci dans nos travaux de recherche. Elle a donc également été de

nombreuse fois validée en termes de mesure de permittivité et de perméabilité et est encore aujourd'hui utilisée par de nombreuses entreprises.

A l'aide d'un système de mesure fréquentielle comme un analyseur de réseau, il est possible d'obtenir grâce à ces cellules coaxiales des mesures de transmission/réflexion d'un échantillon. Ces mesures, appelées matrices de « *Scattering* » ou matrices S peuvent être directement reliées à la permittivité et à la perméabilité grâce à des méthodes directes comme la méthode de Nicholson et Ross [20] ou itérative comme celle de Baker-Jarvis [14]. La méthode de mesure sera plus précisément développée dans le Chapitre 2.

3. Principe général de chauffage

Les techniques de mesure de permittivité et de perméabilité étant bien connues dans la littérature, certains laboratoires ont été amenés à ajouter des systèmes en température. Que cela soit dans le domaine médical, militaire ou même civil avec le GPR la connaissance des caractéristiques physiques en fonction de la température est devenue inévitable. Il est important de noter que contrairement aux bancs de caractérisation électromagnétique de matériaux, il n'existe pas à l'heure actuelle de banc de mesure en température sur le marché. Certains bancs de mesure ont été développés pour des applications de recherche mais aucun n'est commercialisé. On retrouve parmi les bancs de mesure existants des systèmes en ligne micro-ruban (CPW) [21], [22], en espace libre [23], en guide rectangulaire [24]–[26], en résonateur [27]–[36], en sonde capacitive [37]–[45] et finalement en guide coaxial [46]–[49]. Ils reprennent ainsi toutes les techniques de caractérisation de matériaux classiques et sont ensuite associés à des systèmes de thermorégulation et moyens de chauffage.

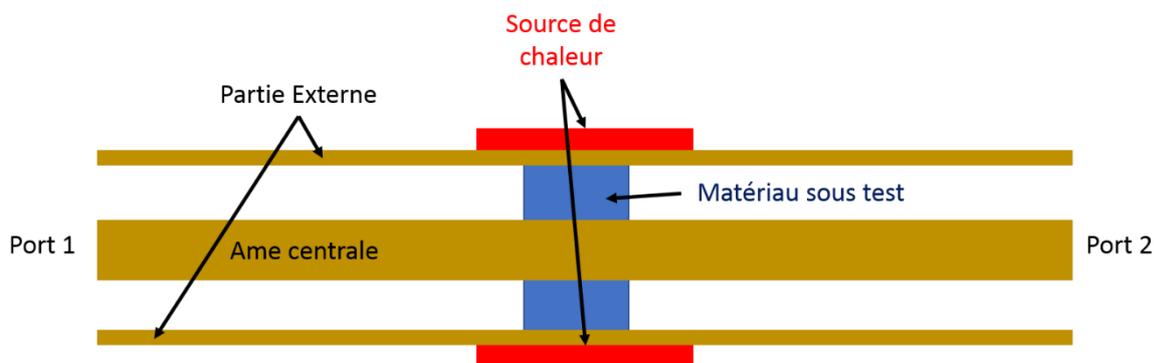


Figure 7 Exemple de chauffage direct avec une cellule coaxiale. Les parties en orange et rouge sont parfaitement conductrices. L'échantillon est en bleu.

Dans le cas d'une cellule coaxiale, le système de chauffage le plus simple est un système direct grâce à un four tubulaire dans lequel est placée la cellule ou une simple bague thermique qui serait placée autour de la cellule. Ces derniers systèmes sont relativement simples à mettre en œuvre et sont dissociés de la cellule de mesure et du système de mesure hyperfréquence.

L'utilisation d'une bague chauffante, permet de faciliter le transfert de chaleur via les parois métalliques de la cellule coaxiale (**Figure 7**). Pour cette raison nous avons associé à nos cellules de mesures coaxiales une bague chauffante couplée à un système électronique de thermorégulation. L'échantillon et la cellule sont donc soumis à la variation de température de cette même bague. Ce système s'avère efficace en termes de chauffage et de mesure mais doit être utilisé avec précaution. Tout d'abord la température au sein de l'échantillon doit être mesurée ou associée au temps que l'échantillon met à atteindre la température de consigne. De plus, la montée en température d'une cellule métallique peut entraîner un effet de dilatation de

celle-ci. Enfin le chauffage et le refroidissement des connecteurs, des câbles et de la cellule, générés au fur et à mesure que l'on réalise les mesures peut détériorer les composants. Dans cette thèse chaque précaution exposée a été précisément étudiée pour les différents bancs de mesure réalisés. L'exposition du matériel à ces variations de température nous a également amené à réfléchir à une solution de connexion innovante afin de limiter les contacts entre la cellule de mesure et les câbles de l'analyseur de réseau. Cette étude est démontrée dans la partie 2 du chapitre 3 de cette thèse dans la présentation du nouveau banc de mesure en température.

De façon à valider les différents résultats obtenus dans cette thèse nous avons étudié des matériaux bien connus dans la littérature ou au laboratoire. Tout d'abord le téflon, bien connu de la littérature et qui a la particularité d'être un diélectrique stable en fréquence. Ensuite des alcools, tels que l'octanol, l'éthanol et le cyclohexanol. Ces liquides ont été choisis car ils sont bien référencés dans la littérature et étaient à notre disposition au laboratoire. Enfin nous avons choisi un matériau magnétique SIEPEL APU10 [15], [50]. Ce matériau est un absorbant élastomère, réalisé à partir d'un mélange de silicone et de fer-carbonyle. Pour la thèse ce matériau a un intérêt bien précis puisqu'il s'apparente fortement en termes de propriétés électromagnétiques à des matériaux entrant dans la constitution des revêtements des avions militaires. Celui-ci permettra donc de visualiser les comportements que l'on peut attendre des matériaux avions en général dans le cas de fortes variations en température.

CHAPITRE II. TECHNIQUES DE MESURE DES GRANDEURS ELECTROMAGNETIQUES

L'utilisation de cellule de mesure coaxiale dans la caractérisation de matériaux permet de caractériser des matériaux en termes de permittivité et de perméabilité. Ces cellules sont reliées directement à un analyseur de réseau, appareil qui permet de réaliser une mesure de transmission et de réflexion ou de matrice S de celles-ci sur une large bande de fréquence. Dans ce contexte, il est possible de calculer les propriétés d'un matériau inséré dans la cellule grâce à des outils numériques bien connus de la littérature.

Tout d'abord il est nécessaire de récupérer la matrice S de l'échantillon à partir de celle de la cellule complète. Cette méthode expliquée dans le chapitre 1 s'appelle le « *de-embedding* ». Dans notre cas, l'utilisation de cette technique avec la cellule 7mm est correcte cependant avec la cellule 13mm et pour des matériaux de très faible permittivité, cette méthode ne peut plus s'appliquer car la réalisation même de la cellule peut amener des désadaptations. C'est autour de ce problème et dans le cas de la cellule 13mm seulement que nous avons développé une nouvelle solution numérique remplaçant le « *de-embedding* ».

Une fois la matrice de l'échantillon obtenue il est possible de calculer la permittivité et la perméabilité du matériau grâce à la mesure de la longueur de l'échantillon. Pour réaliser cela, deux types de techniques existent : les méthodes itératives [14] et les méthodes directes [20]. Nous avons choisi d'utiliser une méthode directe du fait de la simplicité d'utilisation. Cette méthode est la méthode de Nicholson et Ross. Un des points bloquants de celle-ci est la mesure à haute fréquence qui peut générer des artefacts numériques lors des calculs. Pour cela nous avons travaillé sur l'amélioration de cette technique et surtout la compréhension du problème numérique généré.

Afin d'estimer les erreurs d'une mesure de permittivité et de perméabilité obtenue avec une cellule coaxiale, nous avons réalisé un modèle en se basant sur les sources d'erreurs que nous considérons prépondérantes.

1. Optimisation de la technique de « *de-embedding* »

Le « *de-embedding* » ou autrement appelé déplacement de plans de phases, considère que la ligne de propagation est adaptée à 50Ω . Dans le cas de la cellule 7mm le rapport entre le diamètre intérieur et extérieur est donné pour avoir une impédance de ligne de 50Ω tout le long de la cellule. Dans ce cas précis, le « *de-embedding* » peut être utilisé. Le modèle numérique de cette méthode peut être écrit de cette façon [51]:

$$S_{11}^{de} = S_{11} * \exp(-\gamma_0 l_1)^2 \quad (\text{II-1})$$

$$S_{12}^{de} = S_{12} * \exp(-\gamma_0 l_1) * \exp(-\gamma_0 l_2) \quad (\text{II-2})$$

$$S_{21}^{de} = S_{21} * \exp(-\gamma_0 l_1) * \exp(-\gamma_0 l_2) \quad (\text{II-3})$$

$$S_{22}^{de} = S_{22} * \exp(-\gamma_0 l_2)^2 \quad (\text{II-4})$$

Les paramètres S^{de}_{ij} correspondent aux paramètres S du dispositif que l'on souhaite mesurer. Dans notre cas, cela correspond aux paramètres S de l'échantillon. Les paramètres S_{ij} sont les paramètres S de la mesure de la cellule complète. Quant à l_1 et l_2 , ils représentent les longueurs électriques respectives des éléments de la cellule positionnés de part et d'autre de l'échantillon. Cette méthode peut être seulement utilisée avec une cellule de mesure adaptée à 50Ω mais également en considérant que seul de l'air est présent dans la cellule (sans compter l'échantillon) puisque γ_0 correspond ici à la constante de propagation dans le vide.

L'hypothèse non négligeable de considérer une ligne de propagation complètement vide et adaptée à 50Ω peut être faite dans le cas de la cellule 7mm cependant pour la cellule 13mm cela devient plus difficile. Les parties coniques réalisées pour la cellule 13mm (voir **Figure 8**) et permettent d'adapter le diamètre de sorties de connecteurs au diamètre de l'échantillon. Ceci est réalisé de façon à conserver en théorie une impédance constante le long de la cellule. Seulement ce n'est en pratique pas le cas du fait des erreurs de conceptions.

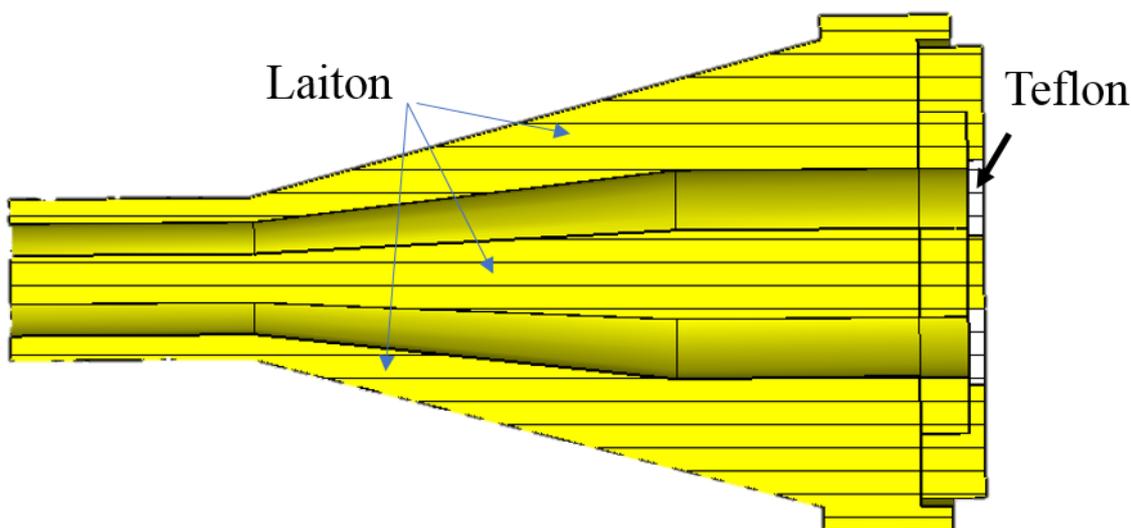


Figure 8 Image de coupe d'une des parties coniques de la cellule coaxiale 13mm réalisée avec le logiciel CST Microwave Studio

Tout d'abord la conicité [51] de la cellule est une géométrie complexe à réaliser mécaniquement. Ceci peut induire des erreurs dans la mesure si le design n'est pas respecté parfaitement. De plus les parties blanches représentant des parois en téflon et permettant de maintenir l'âme de la cellule au centre, créent une désadaptation potentielle.

Il est donc nécessaire de visualiser cette partie de la cellule comme une boîte noire possédant une matrice S donnée pour pouvoir ensuite la soustraire à la matrice S de la cellule complète. A partir de maintenant plusieurs solutions sont possibles :

La première et la plus courante est la méthode de calibrage [52]. Elle est basée sur une addition d'une série de mesures considérées comme idéales en complément de la mesure de l'échantillon et permet ainsi de calculer les matrices S des éléments à supprimer pour enfin soustraire ces mêmes matrices lors du calcul. Cette dernière est tout d'abord longue et lourde à réaliser et nécessite que les éléments idéaux soient parfaits pour obtenir le meilleur calibrage possible.

Une autre solution est de réaliser ce qu'on peut appeler un étalonnage. A la différence du calibrage on utilisera ici une deux mesures dont une considérée comme idéale, mais on ajoutera

Tout comme il existe des matrices S représentant les éléments de la ligne de propagation on peut trouver pour chaque élément une matrice de transfert T tel que:

$$[T_{cell}] = [T_{con1}] * [T_{cone1}] * [Tech] * [T_{cone2}] * [T_{con2}] \quad (\text{II-5})$$

Ce format permet ainsi de séparer chaque élément de la matrice globale T_{cell} obtenue en mesure. On rappelle que pour une matrice T donnée telle que :

$$T = \begin{bmatrix} T_{11} & T_{12} \\ T_{21} & T_{22} \end{bmatrix} \quad (\text{II-6})$$

Où chaque paramètre de la matrice T peut être exprimé en fonction de ceux de la matrice S associée on a :

$$T_{11} = S_{12} \frac{S_{22} S_{11}}{S_{21}} \quad (\text{II-7})$$

$$T_{12} = \frac{S_{11}}{S_{21}} \quad (\text{II-8})$$

$$T_{21} = \frac{S_{22}}{S_{21}} \quad (\text{II-9})$$

$$T_{22} = \frac{1}{S_{21}} \quad (\text{II-10})$$

De plus si on considère que chaque matrice T est inversible on peut écrire :

$$[Tech] = [T_{cone1}]^{-1} * [T_{con1}]^{-1} * [T_{cell}] * [T_{con2}]^{-1} * [T_{cone2}]^{-1} \quad (\text{II-11})$$

Afin de simplifier l'écriture on notera : $[T_{cp}] = [T_{con1}]^{-1} * [T_{cell}] * [T_{con2}]^{-1}$

Sachant que les connecteurs sont des sections de guides coaxiaux adaptés à 50Ω on peut écrire leur matrice S sous la forme :

$$S_{con} = \begin{bmatrix} \mathbf{0} & e^{\alpha d - j\theta} \\ e^{\alpha d - j\theta} & \mathbf{0} \end{bmatrix} \quad (\text{II-12})$$

d correspondant ici à une longueur de ligne. Ce modèle est donc adapté aux connecteurs mais également à un tronçon de ligne coaxiale à 50Ω . Pour rappel, dans le cas des connecteurs les longueurs d utilisées sont d_{co1} et d_{co2} que l'on considère connues donc déjà mesurées.

Dans le cas d'une mesure à vide on peut écrire :

$$[TechV] = [Tcone1]^{-1} * [TcpV] * [Tcone2]^{-1} \quad (\text{II-13})$$

Ou $TechV$ représente la matrice T de l'échantillon vide d'une longueur d . $TcpV$ représente le produit des matrices T inverse des connecteurs avec la matrice T de la cellule entière à vide.

Il reste maintenant à déterminer les matrices $Tcone1$ et $Tcone2$. $Tcone1$ et $Tcone2$ représentent les matrices T des cônes de la cellule 13mm. On obtient ainsi 8 inconnus (4 paramètres S par matrice) et seulement 4 équations (Equation (II-14)). Il est donc nécessaire de faire des suppositions sur la cellule elle-même.

$$\begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} TcpV_{11} & TcpV_{12} \\ TcpV_{21} & TcpV_{22} \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} E & F \\ G & H \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} TechV_{11} & TechV_{12} \\ TechV_{21} & TechV_{22} \end{bmatrix} \quad (\text{II-14})$$

Les éléments A, B, C, D et E, F, G, H représentent ici les paramètres T à trouver des matrices $[Tcone1]^{-1}$ et $[Tcone2]^{-1}$.

La supposition que nous avons choisie est la symétrie parfaite de la cellule suivant le plan perpendiculaire à sa longueur. En effet la cellule a été réalisée de façon à avoir autour de l'échantillon deux lignes coaxiales coniques de même longueur et dimension. On peut donc écrire que le S_{11} du $cone1$ est égale au S_{22} du $cone2$ et vice versa. On supposera également que les coefficients de transmission sont les mêmes pour les deux cônes.

Sachant que A, B, C et D sont les coefficients de la matrice T d'un élément conique on peut écrire :

$$\begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} TcpV_{11} & TcpV_{12} \\ TcpV_{21} & TcpV_{22} \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} A & -C \\ -B & D \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} TechV_{11} & TechV_{12} \\ TechV_{21} & TechV_{22} \end{bmatrix} \quad (\text{II-15})$$

On se retrouve maintenant avec 4 équations et 4 inconnues. En résolvant le système précédent on peut ainsi trouver les coefficients A, B, C et D et utiliser la matrice $[Tcone]^{-1}$ pour trouver et calculer $[Tech]$ avec un échantillon plein en utilisant cette formule :

$$[Tech] = [Tcone1]^{-1} * [Tcon1]^{-1} * [Tcell] * [Tcon2]^{-1} * [Tcone2]^{-1} \quad (\text{II-16})$$

Pour rappel la matrice $TcpV$ peut être obtenue par une seule mesure puisqu'elle correspond à la matrice de l'échantillon quand la cellule est vide et s'écrit de la façon suivante :

$$[TcpV] = [Tcon1]^{-1} * [TcellV] * [Tcon2]^{-1} \quad (\text{II-17})$$

Avec $TcellV$ étant la matrice T de la cellule complète à vide et $Tcon1$ et $Tcon2$ les matrices T des connecteurs. En revanche $TechV$ correspondant à la matrice T de l'échantillon doit tout comme $Tcon1$ ou $Tcon2$ être modélisé en considérant la zone échantillon comme une ligne 50Ω et en utilisant une longueur d correspondant à la longueur du porte échantillon. On peut ainsi calculer à partir du modèle de ligne, sa matrice S et en déduire la matrice T .

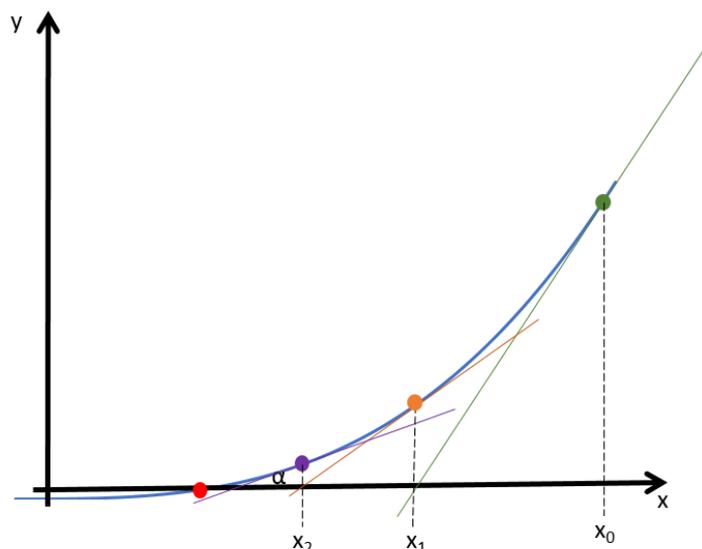


Figure 10 Représentation graphique de la méthode de Newton-Raphson. Le point rouge correspond à la solution à atteindre. x_i correspondent aux différentes valeurs de x au fur et à mesure de l'itération du modèle. Les droites verte, orange et violette correspondent aux dérivée ($f'(x_i)$) calculées pour les 3 premières valeurs de x_i .

Afin de résoudre le système (II-15) et de trouver les valeurs de A, B, C et D qui correspondent aux valeurs des matrices T des cônes, nous avons choisi d'utiliser la technique de Newton Raphson [53]. Cette technique permet de résoudre simplement et rapidement des systèmes linéaires et non linéaires en écrivant simplement :

$$x_{n+1} = x_n - f(x_n)/f'(x_n)$$

Où x_n correspond à une valeur proche de la solution de l'équation à résoudre et x_{n+1} est la valeur au rang suivant.

Cette méthode est très simple à implémenter (voir **Annexe 1** : Méthode de Newton Raphson) et peut être résolue graphiquement (**Figure 10**). Il est nécessaire d'utiliser l'algorithme pour chaque équation que l'on souhaite résoudre. Étant donné que l'on a 4 équations, on utilisera cette méthode sur les 4 équations distinctes et cela à chaque point de fréquence.

Le seul inconvénient de cette méthode est la définition des valeurs initiales de l'algorithme. Cela demande une connaissance préalable de l'ordre de grandeur du résultat à trouver. Plus ces valeurs seront proches et plus la solution trouvée a de chance d'être juste. Afin d'utiliser les valeurs les plus justes possibles nous avons utilisé le logiciel de simulation électromagnétique *CST Microwave Studio* et modélisé un cône. Cette solution trouvée par CST nous permet d'approcher les valeurs solutions lors d'une mesure réelle mais ne nous donne en aucun cas les solutions exactes.

Une fois les équations du système (II-15) résolues, nous obtenons les 4 paramètres des matrices *Tcone1* et *Tcone2*. On peut ensuite revenir simplement aux matrices S des cônes en passant d'une matrice T à une matrice S.

c. Résultats et Comparaisons

Finalement on obtient les matrices *Scone1* et *Scone2* correspondant aux matrices S du cône 1 et 2 présentés dans la **Figure 9**. Nous avons pour cela comparé ces valeurs à une simulation

indépendante d'une matrice S d'un cône simulé sur le logiciel *CST Microwave Studio* (**Figure 11**).

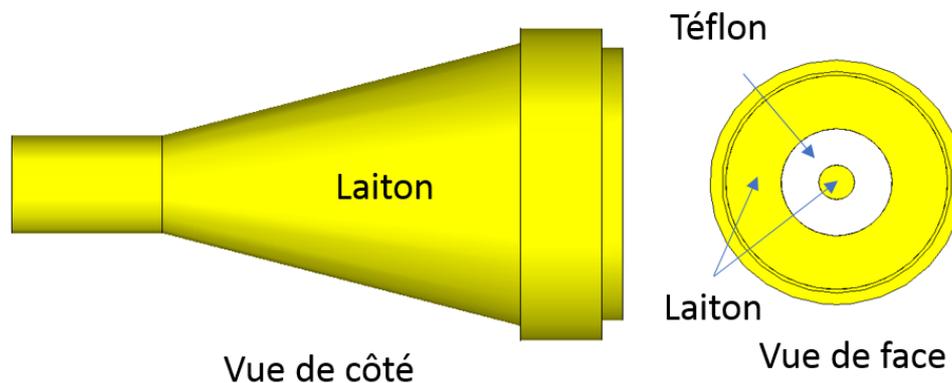


Figure 11 Schéma d'une des parties coniques de la cellule 13mm simulé sur *CST Microwave Studio*.

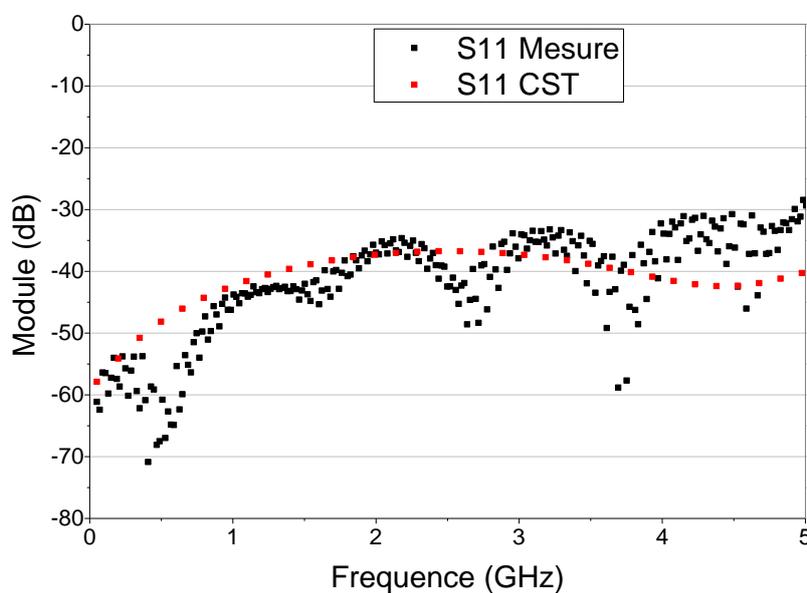


Figure 12 Comparaison entre la mesure et la simulation du module du S_{11} d'une partie conique de la cellule 13mm

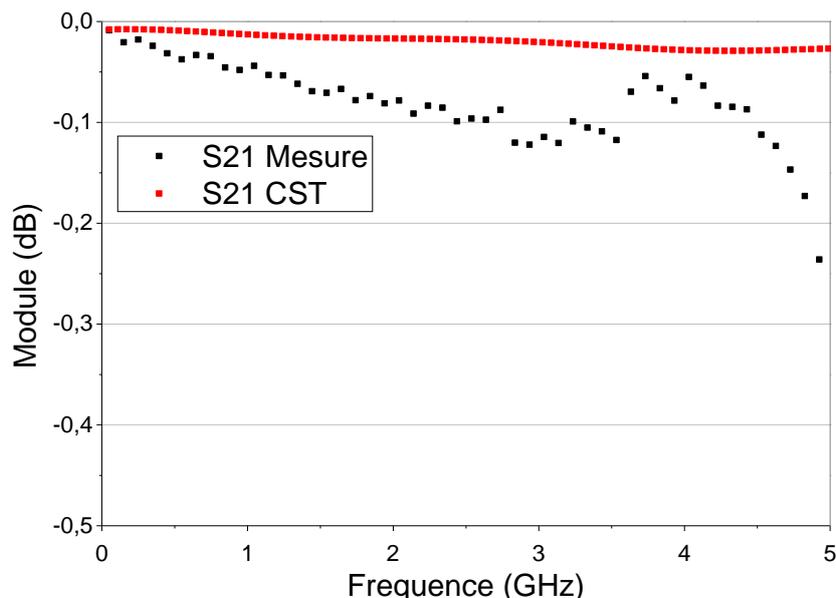


Figure 13 Comparaison entre la mesure et la simulation du module du S_{21} d'une partie conique de la cellule 13mm

Les résultats obtenus par le calcul et ceux obtenus en simulation avec le logiciel *CST* (**Figure 12** et **Figure 13**) sont du même ordre de grandeur. La différence obtenue montre que les cônes simulés sous *CST* sont différents de ceux obtenus de manière expérimentale. Ces différences sont majoritairement dues aux défauts de fabrication des pièces mécaniques de la cellule engendrant des désadaptations. Cependant ces résultats nous permettent de donner un avis critique sur le bon fonctionnement de l'algorithme.

Afin de montrer que l'algorithme fonctionne correctement, nous avons utilisé la méthode en condition réelle.

Le principe, maintenant que les paramètres S des cônes sont calculés est de réaliser une mesure de la cellule avec un échantillon et de reprendre l'équation (II-16). Dans ce cas la seule matrice T inconnue est la matrice *Tech*. Il est donc possible de calculer la matrice S de l'échantillon. Pour le premier test, les mesures ont été réalisées avec un échantillon d'air.

Afin de pouvoir réaliser des mesures de permittivité sur cet échantillon il est nécessaire de passer des paramètres S aux caractéristiques électromagnétiques. Pour cela nous avons utilisé la technique de Nicholson-Ross-Weir [20] simple à mettre en œuvre.

Pour rappel la matrice *Tech* obtenue correspond à la matrice de tout le porte échantillon (voir **Figure 9**). Si la longueur de l'échantillon est inférieure à celle du porte échantillon il est donc nécessaire de rajouter un algorithme de « *de-embedding* » afin de passer de la matrice S du porte échantillon à l'échantillon à mesurer.

Dans ces conditions, la mesure sur de l'air devrait être une mesure plus proche de la réalité qu'avec une autre méthode de « *de-embedding* ». Pour l'air, la partie réelle de la permittivité est égale à 1 sur toute la bande de fréquence. Nous avons réalisé une mesure avec la cellule 13mm et comparé l'ancien modèle « *de-embedding* » classique, équations II 1 à II 4 avec le nouveau modèle développé (**Figure 14**). Pour rappel, l'ancien modèle correspond au simple déplacement des plans de phase alors que le nouveau prend en compte les parties coniques.

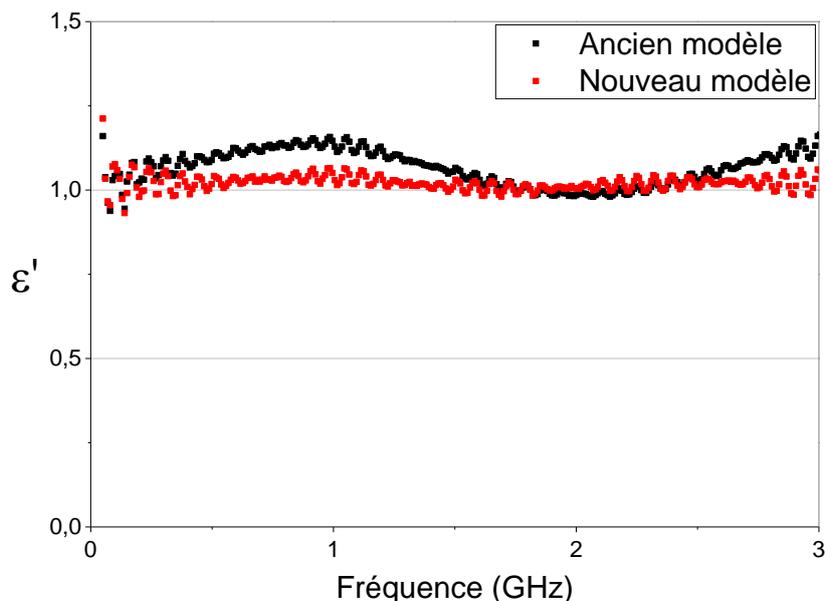


Figure 14 Partie réelle de la permittivité avec les deux méthodes de calcul sur un échantillon d'air

Le résultat observé est bien celui attendu. On voit qu'en utilisant un « *de-embedding* » classique la valeur de permittivité est surestimée sur cette bande de fréquence. Cette surestimation est bien due à la mauvaise prise en compte des parties coniques de la cellule. Mais ces résultats ne sont que pour des échantillons vides. Le plus intéressant est de vérifier l'algorithme sur des mesures avec des matériaux à plus forte permittivité.

Dans le but de valider ce modèle un échantillon de Polyéthylène haute densité (PEHD) a été dimensionné aux dimensions du porte échantillon de la cellule et mesuré.

Le choix de ce matériau a été effectué du fait que dans la littérature le PEHD a été déjà caractérisé, à plus basse fréquence [54] et même à plus haute fréquence [6]. Avec une mesure de la partie réelle de la permittivité à 2.44 à 600Mhz (voir **Figure 15**). Le résultat est satisfaisant. De plus la littérature montre que l'évolution est quasi constante ce qui conforte le fait que la correction de la permittivité est correcte.

Ce résultat est donc cohérent avec les données trouvées en référence et montre la possibilité de la technique à corriger l'effet de surestimation de la permittivité en prenant mieux en compte les désadaptations de la cellule de mesure.

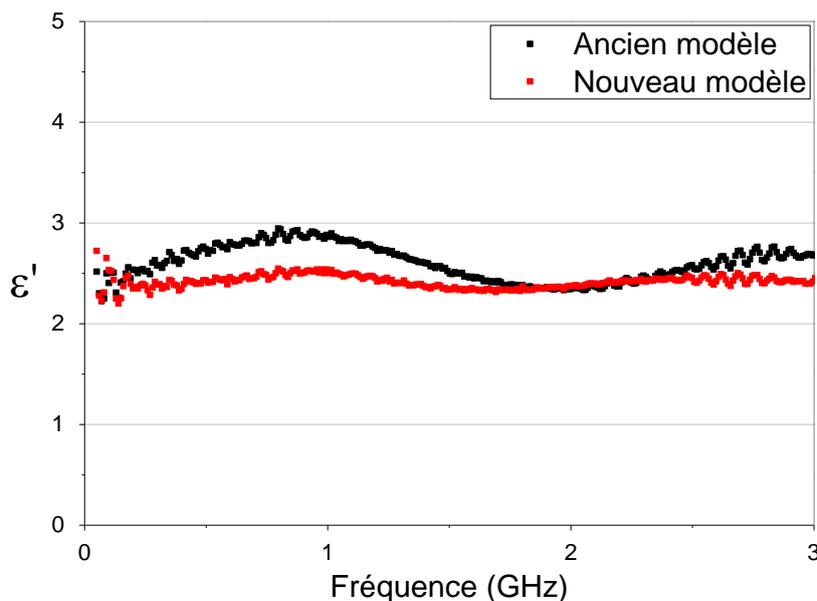


Figure 15 Résultats obtenus avec un échantillon de 6mm de PEHD dans la cellule 13mm

Si on poursuit l'étude en caractérisant d'autres matériaux comme des liquides, où la permittivité est plus grande et varie en fonction de la fréquence on se rend compte que la correction de la permittivité est négligeable (**Figure 16**).

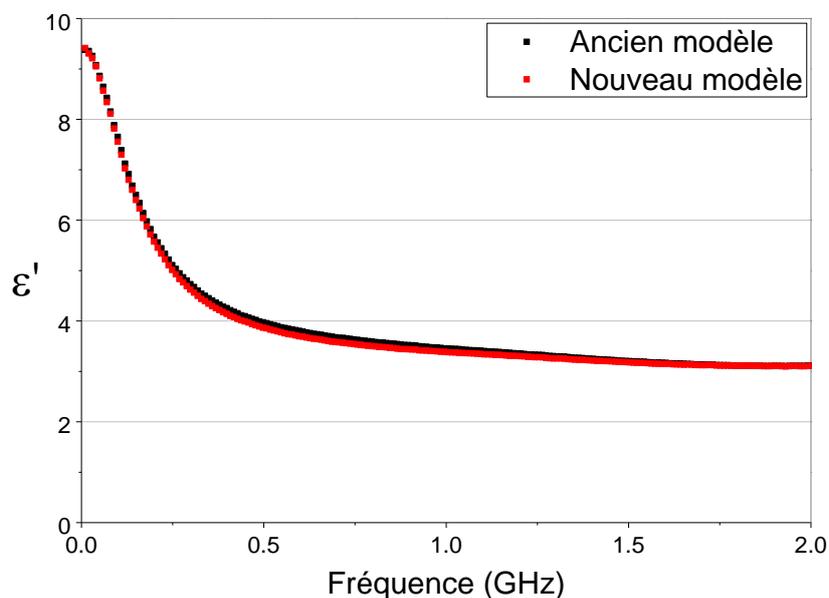


Figure 16 Résultats obtenus avec un échantillon de 24mm d'octanol dans la cellule 13mm

La **Figure 16** montre que lorsque l'on prend des matériaux avec des permittivités plus élevées ou/et des dimensions plus grandes la différence entre le nouveau et l'ancien modèle est négligeable. L'algorithme compense les erreurs d'adaptation non prises en compte dans un modèle de ligne classique (« *de-embedding* »). Ces erreurs peuvent être considérées négligeables à partir d'un certain niveau de transmission dans la cellule. En effet quand la

réflexion de l'échantillon devient très grande devant celles dues à la désadaptation de la cellule on peut considérer ces erreurs comme négligeables.

d. Conclusion

La précision de la mesure de permittivité et de perméabilité dépend de la précision de tous les outils numériques et mécaniques utilisés. La technique dite de « *de-embedding* » en fait partie. Cette méthode permettant de déplacer les plans de références de phases de la mesure de paramètres S obtenue grâce à un analyseur de réseau vers ceux de l'échantillon à mesurer, peut être effectuée que dans certaines conditions. En effet, la cellule de mesure utilisée doit être adaptée à 50Ω sur toute sa longueur.

Dans notre cas il a donc fallu trouver une autre méthode permettant d'obtenir les paramètres de l'échantillon à caractériser en prenant en compte la géométrie complexe de la cellule 13mm. Pour cela nous avons réalisé une méthode basée sur un principe d'étalonnage. Cette méthode permet de décomposer la cellule de mesure en 5 parties distinctes afin d'isoler les éléments coniques de la cellule. Grâce à certaines suppositions et à la résolution d'un système d'équations non linéaires, notre algorithme permet de calculer avec une faible complexité les matrices S de ces parties coniques. Cependant cette technique nécessite la connaissance de valeurs initiales aussi proches que possible de la réalité afin de résoudre au mieux le système d'équations. Même si cela demande un temps de calcul plus important que la technique du « *de-embedding* » classique, elle donne des résultats précis et reste adaptée pour tous types de mesures avec cette cellule. Les matrices S de chaque élément de la cellule sont déterminées grâce à notre algorithme puis réutilisées lors des calculs de permittivité et de perméabilité des échantillons à caractériser.

Les mesures réalisées, utilisant la méthode décrite précédemment, ont montrées que les résultats sont nettement améliorés dans le cas de faible permittivité. Cependant dans le cas de permittivité plus importante, la correction n'est pas forcément nécessaire. En effet l'erreur faite lors de l'utilisation d'un « *de-embedding* » classique peut devenir négligeable par rapport à la valeur de permittivité.

2. Mesures hautes fréquences

L'estimation des caractéristiques électromagnétiques des matériaux a bien été développée ces dernières années [55]–[59], cependant les applications étant toujours très diverses et sur des bandes de fréquences différentes, ces techniques ne répondent souvent qu'à une seule application. L'avantage d'utiliser des cellules de mesure coaxiales dans la caractérisation électromagnétique de matériaux est d'obtenir des mesures sur de larges bandes de fréquences. D'après la théorie des modes de propagation et des lignes coaxiales, la fréquence maximale d'utilisation d'une cellule coaxiale dépend de la fréquence de coupure du 1^{er} mode supérieur. Cette fréquence dépend de la dimension des diamètres de cette cellule et est d'autant plus grande que le diamètre est faible.

Seulement la technique de *Nicholson-Ross-Weir* [20] présente certaines limites dépendant de la dimension du matériau et cela restreint d'autant plus la bande de fréquence d'utilisation. Cela ne permet donc pas d'utiliser la plage complète de fréquence de fonctionnement de la cellule de mesure pour le cas de certains matériaux. Dans cette partie nous présentons spécifiquement les limites de la méthode en introduisant une nouvelle solution mathématique. En effet certaines solutions sont déjà présentes dans la littérature (ex : déroulement de phases), mais nous avons préféré commencer par comprendre le problème de manière physique afin d'en faire découler un modèle mathématique. Nous montrons alors qu'il est possible de réaliser des mesures à haute fréquence avec une même cellule alors même que la technique de *Nicholson-Ross-Weir* (NRW) est limitante.

De plus, même si la méthode NRW est la plus connue et la plus utilisée, elle ne prend pas en compte un phénomène bien connu, l'effet cavité en guide d'onde. En effet, l'utilisation d'un échantillon de taille finie dans la caractérisation de matériaux engendre un phénomène de résonance à l'intérieur et peut-être comparé au phénomène "*Fabry-Pérot*" [60]–[62]. Ce phénomène engendre des artefacts dans la mesure et donne lieu à des valeurs non physiques. La méthode NRW a déjà été reformulée dans le cas de matériaux à faibles pertes et non magnétiques [13]. D'autres solutions sont également proposées en se basant sur des approches approximatives [63]. Dans notre cas nous ajoutons à notre méthode, l'algorithme itératif de Baker-Jarvis [14].

Afin de démontrer la faisabilité de la méthode nous étudions simplement un matériau bien connu, le téflon [64]. Cette partie est divisée en trois sous-parties. La première consiste en l'étude de la méthode générale de détermination de la permittivité et de la perméabilité à partir des paramètres S en cellule coaxiale, basée sur la technique de NRW. La deuxième présente les deux parties du modèle mathématique que l'on propose. Enfin la dernière partie concerne l'application de la méthode sur des mesures réelles.

a. Modèle initial

Tout d'abord il est important de rappeler que le conditionnement d'une bonne mesure de permittivité et de perméabilité avec une cellule coaxiale est basé sur la détermination précise de la matrice S de l'échantillon sous test et donc de réalisation d'un « *de-embedding* » le plus parfait possible. On considérera donc dans cette partie que la matrice de l'échantillon a été parfaitement obtenue et que les erreurs visualisées ne sont induites que par la méthode de calcul de permittivité et de perméabilité suivante.

Rappelons que les caractéristiques électromagnétiques d'un matériau sont complexes et définies par :

$$\varepsilon = [\varepsilon'_R - j\varepsilon''_R]\varepsilon_0 = \varepsilon_R^* \varepsilon_0 \quad (\text{II-18})$$

et

$$\mu = [\mu'_R - j\mu''_R]\mu_0 = \mu_R^* \mu_0 \quad (\text{II-19})$$

Ou ε_0 et μ_0 sont respectivement la permittivité et la perméabilité du vide tandis que ε_R^* et μ_R^* sont la permittivité et la perméabilité complexe relative du matériau sous test. Ces dernières, seront les valeurs que nous essaierons de déterminer dans cette partie.

Pour la suite de l'étude on considère que l'échantillon est homogène et de longueur d . Une onde électromagnétique est envoyée perpendiculairement à cet échantillon. Le champ électrique transmis peut alors s'écrire :

$$E_{tr} = T_1 T_2 \exp(-jkd) * \sum_0^n [-\Gamma_1 \Gamma_2 \exp(-jkd)]^n * E_{inc} \quad (\text{II-20})$$

$$E_{tr} = \frac{T_1 T_2 \exp(-jkl)}{1 + \Gamma_1 \Gamma_2 \exp(-2jkl)} E_{inc} \quad (\text{II-21})$$

Ou les T_i sont les coefficients de transmission, Γ_i ceux de réflexion et k le nombre d'onde pouvant être définis avec le coefficient de propagation :

$$z = e^{-jkd} \quad (\text{II-22})$$

$$k = -\frac{\ln z}{jd} \quad (\text{II-23})$$

En prenant en compte les conditions d'adaptation et les conditions aux limites on obtient :

$$T_i = 1 - \Gamma_i \text{ et } \Gamma_1 = -\Gamma_2, i \in [1; 2] \quad (\text{II-24})$$

En utilisant l'équation II-25 on trouve finalement :

$$E_{tr} = \frac{(1 - \Gamma^2) \exp(-jkd)}{1 + (\Gamma \exp(-jkd))^2} E_{inc} \quad (\text{II-26})$$

On peut alors définir deux relations pour les paramètres S en fonction du paramètre de transmission z et de réflexion Γ :

$$S_{21} = \frac{(1 - \Gamma^2)z}{1 - (\Gamma z)^2} \quad (\text{II-27})$$

Par analogie :

$$S_{11} = \frac{(1 - z^2) \Gamma}{1 - (\Gamma z)^2} \quad (\text{II-28})$$

Ou S_{11} est la réflexion du port 1 sur le port 1 et S_{21} est la transmission du port 1 vers le port 2.

A l'inverse on peut déduire les paramètres de transmission z et de réflexion Γ avec des données mesurables S_{ij} :

$$z^2 = (S_{11} - \Gamma) / (\Gamma^2 S_{11} + \Gamma) \quad (\text{II-29})$$

$$z = \pm \sqrt{\frac{S_{11} - \Gamma}{\Gamma^2 S_{11} + \Gamma}} \quad (\text{II-30})$$

Et

$$\Gamma = \frac{1 - S_{21}^2 + S_{11}^2}{2 * S_{11}} \pm \sqrt{\left(\frac{1 - S_{21}^2 + S_{11}^2}{2 * S_{11}}\right)^2 - 1} \quad (\text{II-31})$$

Si on considère un environnement sans gain on a : $|\Gamma| < 1$. Ensuite on peut calculer l'indice de réfraction n et l'impédance de ligne Z associés :

$$Z = \frac{1 + \Gamma}{1 - \Gamma} \quad (\text{II-32})$$

Et

$$n = \frac{c_{lab} k}{\omega} \quad (\text{II-33})$$

Nous considérons c_{lab} comme étant la vitesse de la lumière dans la pièce expérimentale (considérée comme égale à la vitesse de la lumière dans le vide).

ω est la pulsation et est définie par:

$$\omega = 2 * \pi * f \quad (\text{II-34})$$

et f est la fréquence.

Finalement on peut définir simplement la permittivité et la perméabilité relative comme étant des combinaisons de n et Z :

$$\varepsilon = \frac{n}{Z} \quad (\text{II-35})$$

$$\mu = n * Z \quad (\text{II-36})$$

Dans cette méthode un problème apparaît à l'équation (II-30). L'indétermination du signe de z n'est pas simple à résoudre. Cela peut créer des instabilités sur le calcul de permittivité et de perméabilité. Il est donc nécessaire de bien déterminer le signe en prenant en compte le phénomène physique.

b. Modèle mathématique

Afin de comprendre les problèmes définis précédemment, nous avons utilisé le logiciel *CST Microwave Studio* pour modéliser un morceau de cellule coaxiale remplie par un échantillon de téflon. Ce cas simple nous permet d'isoler toutes les problématiques pouvant être apportées par la cellule complète et surtout de pouvoir visualiser toutes les étapes de calcul de la permittivité et de la perméabilité depuis l'obtention des paramètres S de l'échantillon mesuré.

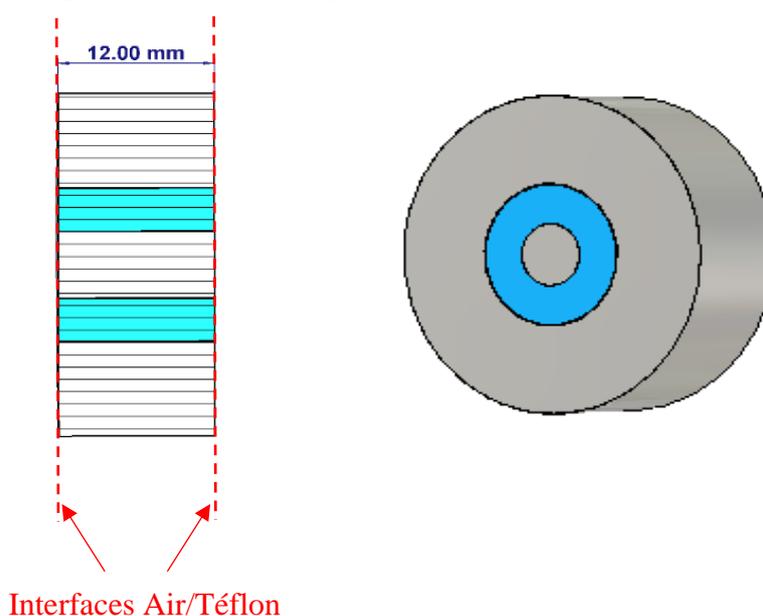


Figure 17 Ligne coaxiale de 12mm de long remplie par un échantillon de téflon simulé avec un solveur temporel, avec le logiciel *CST Microwave Studio*, pour des fréquences comprises entre 200MHz et 15GHz.

L'échantillon de téflon modélisé d'une permittivité de 2,1 mesure 12mm de longueur. Nous verrons ici que la longueur a une importance précise sur la rotation de la phase du champ électromagnétique dans l'échantillon. Les dimensions de la ligne coaxiale sont celles de la cellule 13mm au niveau du porte échantillon. Pour rappel le diamètre intérieur mesure 5.65mm et le diamètre extérieur est de 13mm de diamètre. La plage de fréquence choisie est 200MHz – 15GHz. Théoriquement la dimension de la cellule ne permet pas d'obtenir des mesures au-delà de 10GHz mais dans la simulation seul le mode TEM est observé. Ceci permet donc de visualiser des mesures jusqu'à 15GHz sans problème de modes supérieurs et surtout de pouvoir visualiser correctement l'évolution des paramètres S sur une plus large bande de fréquence.

En effet si l'on souhaite comprendre les problématiques de calcul de permittivité et de perméabilité il est nécessaire de regarder les paramètres S sur une large bande de fréquence.

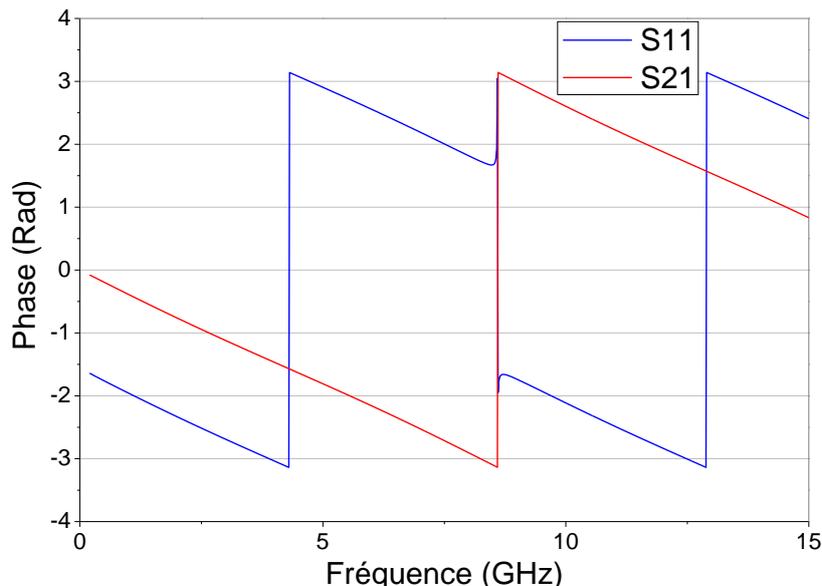


Figure 18 Phase du S11 et du S21 d'un échantillon de téflon de 12mm entre 200MHz et 15GHz

La première chose que nous regardons est la comparaison entre l'évolution de la phase des paramètres S mesurés (S11 et S21 ; **Figure 18**) et la permittivité et la perméabilité calculées (**Figure 19**).

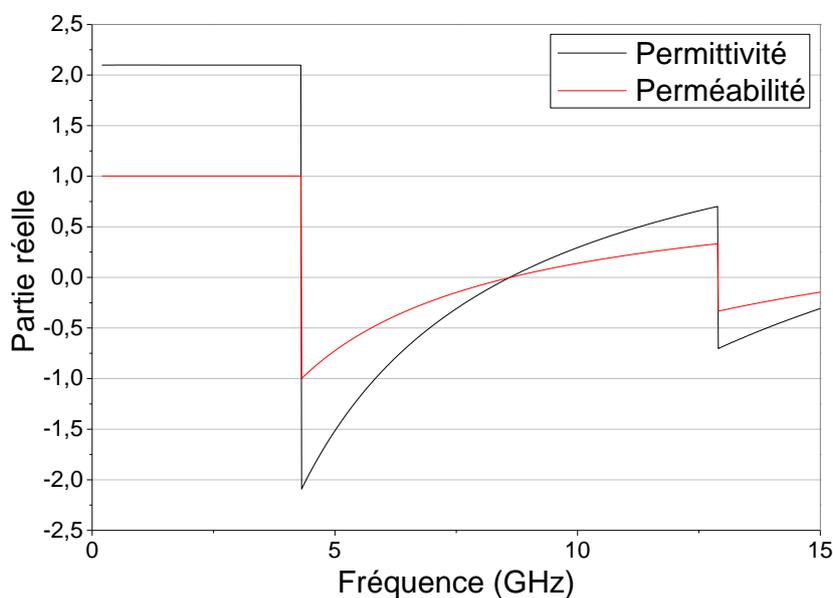


Figure 19 Permittivité et perméabilité d'un échantillon de téflon de 12mm entre 200MHz et 15GHz calculée à partir d'un algorithme

Ces résultats montrent bien que l'évolution de la valeur de permittivité ou celle de la perméabilité est directement en lien avec le changement de signe de la phase.

Tout d'abord il est important de rappeler que la taille finie de l'échantillon (12mm) implique un rebond de l'onde sur les deux interfaces. Sur la **Figure 19** on peut observer des sauts (divergences) à certaines fréquences correspondant à des multiples entiers d'une demi-longueur

d'onde dans l'échantillon. Nous définissons f_0 comme étant la 1^{ère} valeur de fréquence à laquelle apparaissent les divergences. On observe aussi qu'elle correspond exactement à la moitié de la fréquence de résonance notée f_r , de l'effet *Fabry-Pérot* :

$$f_r = \frac{c}{2nd} \quad (\text{II-37})$$

f_r représente un aller-retour dans une cavité. Dans notre cas la cavité est remplie par un matériau d'indice n et une longueur d . Il en résulte f_0 :

$$f_0 = \frac{f_r}{2} = \frac{c}{4nd} \quad (\text{II-38})$$

En considérant $n = 1.4$ (Indice du téflon) et $d = 12\text{mm}$ et en utilisant les équations (II-37) et (II-38) on obtient $f_r = 9\text{Ghz}$ and $f_0 = 4.5\text{Ghz}$. Cela correspond bien aux données obtenues en simulation avec $f_0 = 4.24\text{GHz}$ (**Figure 19**).

La détermination de ces fréquences de divergence nous a permis de développer un modèle de calcul basé sur l'incertitude de détermination du signe z dans l'équation (II-30). Le modèle est divisé en 2 modèles distincts développés ci-dessous. Le premier modèle prend en compte les changements de phases de l'onde lorsqu'elle est réfléchiée par les interfaces Air/Téflon, tandis que le deuxième ajoute la prise en compte d'un retour à l'état initial de cette onde à certaines valeurs de fréquences.

- Premier modèle

Tout d'abord on peut réécrire l'équation (II-30) en termes d'amplitude et de phase pour obtenir :

$$z_i = |z| \exp(j(\theta_z + K\pi)) \quad (\text{II-39})$$

Où z_i correspond à la valeur de z corrigée à une fréquence donnée avec un terme de phase égal à K où $K \in [0, 1, -1]$.

Ce premier modèle permet de déterminer les valeurs de K . On voit ici que z peut prendre une multitude de valeurs en fonction de son terme de phase. Cette multitude de possibilités est induite par le choix que nous devons faire dans la détermination du signe dans l'équation (II-30). Comme expliqué plus tôt, la taille finie de l'échantillon sous test amène un changement de signe de la phase sur le paramètre de transmission à certaines valeurs de fréquences. Cela correspond aux interfaces définies Echantillon/Air de part et d'autre de l'échantillon sous test. Afin de prendre en compte ces interfaces, on ajoute un terme $+\pi$ ou $-\pi$ en fonction de l'interface concernée de façon à dérouler la phase comme si l'échantillon était infini. Afin de prendre en compte la transmission et la réflexion de l'onde nous divisons en deux parties le terme K en K_T et K_Γ :

$$z_i = |z| \exp(j(\theta_z + (K_T + K_\Gamma)\pi)) \quad (\text{II-40})$$

$$z_i = |z| \exp(j\theta_z) * \exp(jK_T\pi) * \exp(jK_\Gamma\pi) \quad (\text{II-41})$$

Avec $K = K_T + K_G$.

Fréquences\K	K_G	K_T	K
0, f_0	0	0	0
f_0 , $2f_0$	-1	0	-1
$2f_0$, $3f_0$	0	1	1
$3f_0$, $4f_0$	-1	1	0

Tableau 2 Eléments correcteurs du modèle n°1

Pour définir les valeurs de K_T et K_G on regarde les valeurs de S_{11} et S_{21} sur la **Figure 18** :

- La plage (0, f_0) correspond à la zone avant la première divergence. Il n’y a donc pas de correction.
- La plage (f_0 , $2f_0$) correspond à la zone entre la première divergence et la fréquence de résonance. Le signe de S_{11} change donc à -1 le correcteur K_G
- Sur la troisième phase S_{21} change aussi de signe K_T passe à 1 et S_{11} revient au signe de départ comme K_G .
- Enfin dans la dernière phase, S_{11} rechange de signe tandis que S_{21} garde son signe. On obtient ainsi $K_T = 1$ et $K_G = -1$.

Afin de vérifier que le modèle fonctionne nous avons implémenté cette correction et recalculé la permittivité (**Figure 20** et **Figure 21**).

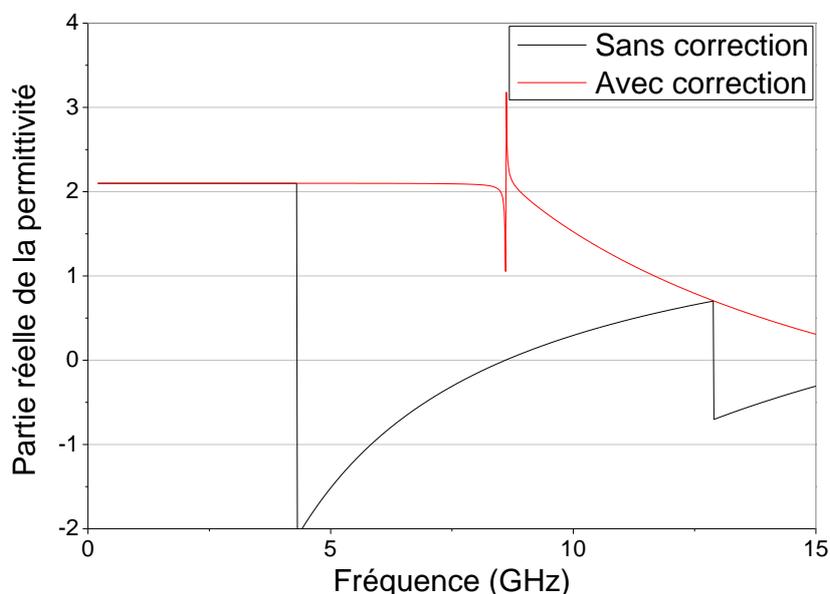


Figure 20 Partie réelle de la permittivité d'un échantillon de 12mm de téflon avec et sans correction sur la valeur de z : premier modèle

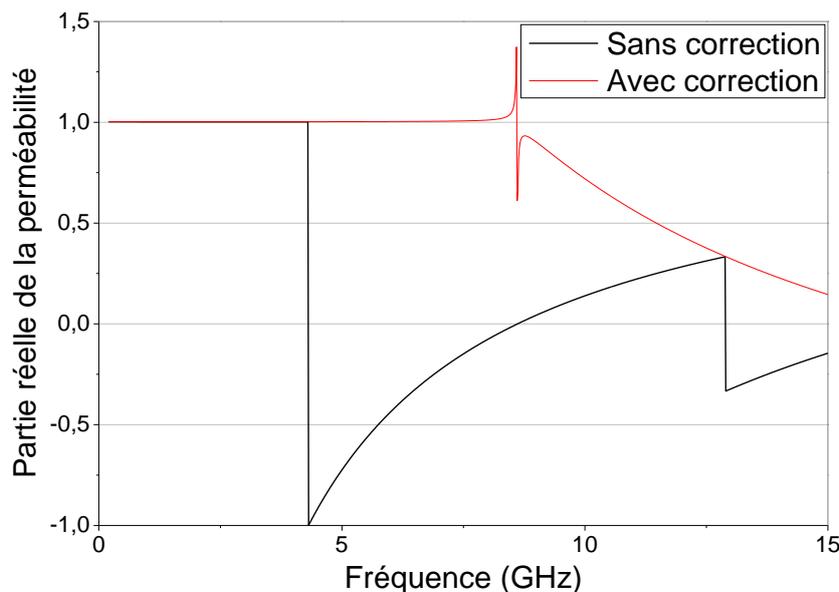


Figure 21 Partie réelle de la perméabilité d'un échantillon de 12mm de téflon avec et sans correction sur la valeur de z : premier modèle

On observe que le modèle fonctionne correctement jusqu'à la fréquence de résonance bien visible autour de 8GHz. Le résultat semble ensuite diverger alors que le résultat devrait rester constant autour de 2,1 pour la permittivité et 1 pour la perméabilité.

- Deuxième modèle

Au lieu de continuer sur le modèle précédent nous tentons de comprendre d'où vient l'erreur au-delà de la fréquence de résonance. En reprenant la courbe de phase du S_{11} et du S_{21} de départ (voir **Figure 18**) on peut voir qu'après la résonance, soit l'endroit où les phases changent toutes les deux de signes, la phase du S_{11} revient à son état initial. La même chose se produit avec S_{21} mais deux fois moins souvent.

Dans le premier modèle nous prenions en compte les déphasages produits toutes les demi-fréquences de résonance pour le coefficient de réflexion et toutes les fréquences de résonance pour le coefficient de transmission. Cependant afin de prendre en compte ce retour à l'état initial observé nous nous intéressons au vecteur d'onde k défini par l'équation (**II-23**). Si l'on caractérise des échantillons relativement petits devant la longueur d'onde (fréquence inférieure à la demi-fréquence de résonance de *Fabry-Pérot*) il n'est pas nécessaire de prendre en compte de terme de phase supplémentaire. Cependant dans notre cas la divergence obtenue dans le calcul est bien induite lorsque les fréquences sont supérieures à la fréquence de résonance. Nous avons donc réécrit le vecteur d'onde :

$$k_i = -\frac{1}{jd} * (\ln(|z_i|) + j * (\theta_{z_i} + 2 * K_z \pi)) \quad (\text{II-42})$$

Comme z_i , k_i correspond au vecteur d'onde k corrigé. Nous obtenons comme dans le modèle précédent un paramètre K_z avec une infinie de solutions et donc une infinie de k_i possible.

Comme tout à l'heure il est nécessaire de comprendre ce qu'il se passe au niveau de la phase des paramètres des coefficients de transmission et de réflexion. Avant la fréquence de

résonance, les coefficients de transmissions et de réflexion était soumis à des déphasages de + ou $-\pi$. Cependant à partir de la fréquence de résonance un retour à un état initial est observé pour chacun des coefficients.

En ce qui concerne le coefficient de réflexion, à chaque retour à l'état initial un déphasage de -2π est appliqué. Tandis que pour la transmission on observe un déphasage de $+2\pi$.

On peut maintenant prendre en compte ces considérations dans le modèle de k_i en divisant K_z en deux composantes K_{zT} et $K_{z\Gamma}$ pour les coefficients de transmission et réflexion respectivement.

$$k_i = -\frac{1}{jd} * (\ln(|z_i|) + j * (\theta_{zi} + 2 * K_{zT}\pi + 2 * K_{z\Gamma}\pi)) \quad (\text{II-43})$$

On peut maintenant combiner les deux modèles avec les équations (II-41) et (II-43) et donner une valeur de k_i en fonction de tous les paramètres correcteurs.

$$k_i = \frac{\ln(|z|) + j(\theta_z + K_p\pi)}{jd} \quad (\text{II-44})$$

$$K_p = (K_T + K_\Gamma + 2K_{zT} + 2K_{z\Gamma}) \quad (\text{II-45})$$

Fréquences\K	K_Γ	K_T	$K_{z\Gamma}$	K_{zT}	K_p
0, f_0	0	0	0	0	0
$f_0, 2f_0$	-1	0	0	0	-1
$2f_0, 3f_0$	0	1	-1	0	-1
$3f_0, 4f_0$	-1	1	-1	0	-2
$4f_0, 5f_0$	0	0	-2	1	-2
$5f_0, 6f_0$	-1	0	-2	1	-3
$6f_0, 7f_0$	0	1	-3	1	-3

Tableau 3 Eléments correcteurs du modèle n°2

A partir du **Tableau 3**, on peut obtenir simplement la valeur de K_p pour chaque valeur de fréquence. En intégrant ces valeurs dans le calcul de permittivité et de perméabilité comme dans la **Figure 20** on trouve la **Figure 22** ci-dessous :

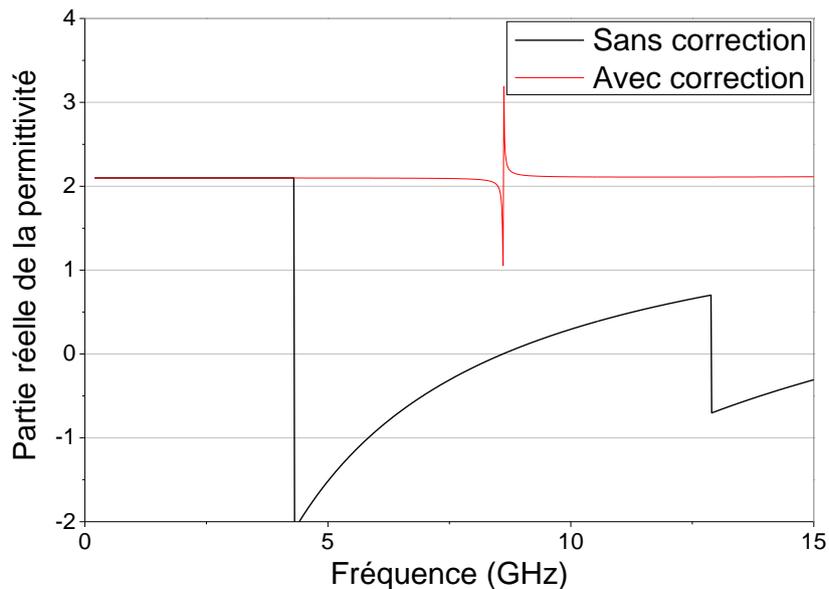


Figure 22 Partie réelle de la permittivité d'un échantillon de 12mm de téflon avec et sans correction sur la valeur de z : deuxième modèle

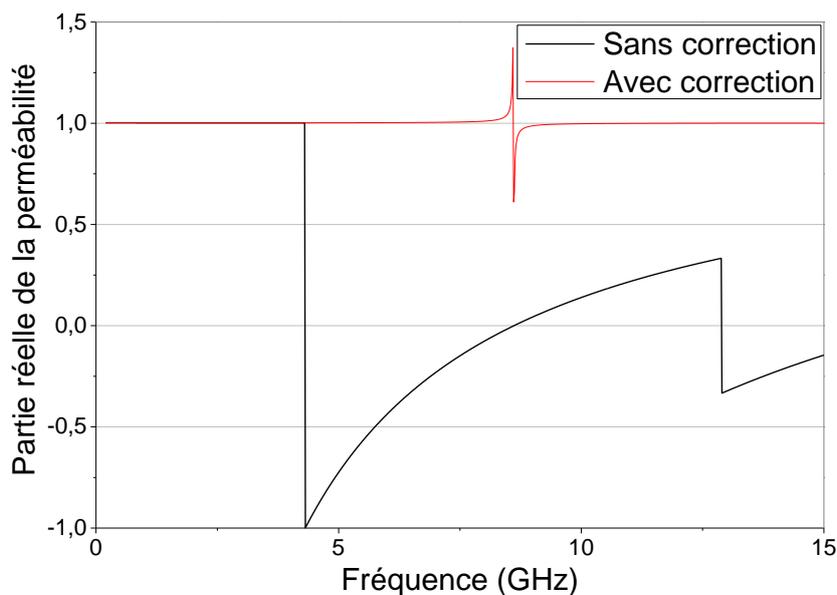


Figure 23 Partie réelle de la perméabilité d'un échantillon de 12mm de téflon avec et sans correction sur la valeur de z : deuxième modèle.

Les résultats montrent une correction parfaite de la valeur de la permittivité et de la perméabilité sur toute la plage de fréquence. On considère ici que quel que soit la fréquence choisie au-delà de 15GHz cette méthode fonctionne. La seule contrainte restera toujours la considération d'un unique mode de propagation TEM dans la ligne où se trouve l'échantillon.

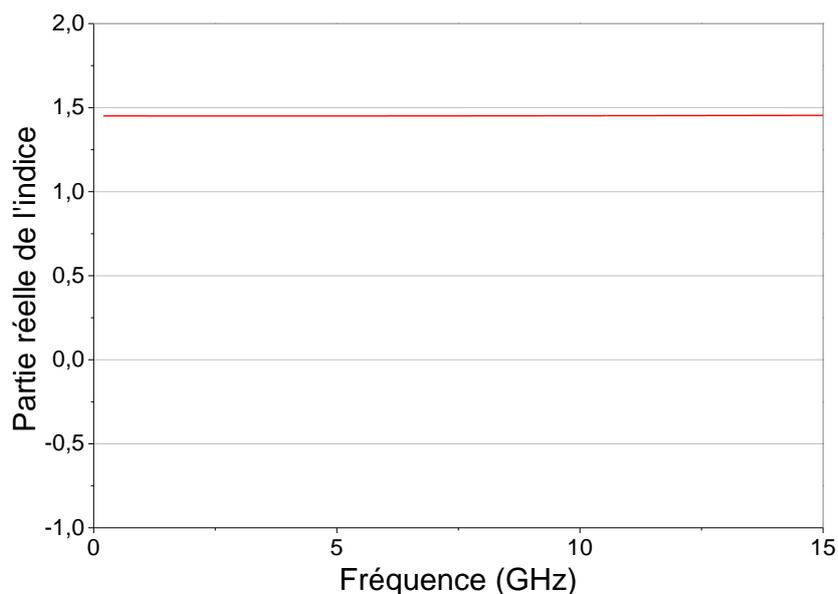


Figure 24 Partie réelle de l'indice du téflon calculée après correction de la valeur de z .

En outre un problème reste présent, la divergence à la fréquence de résonance. Cet effet apparait spécifiquement à cette fréquence. Nous avons trouvé que ce résultat est un artefact numérique induit par la mauvaise prise en compte de la distance électrique de l'échantillon sous test à cette fréquence. Etant donné que l'artefact est présent dans le calcul de Z avec l'équation (II-32), on peut en considérant seulement des matériaux diélectriques, utiliser uniquement la relation entre l'indice n et la permittivité et la perméabilité :

$$n = \sqrt{\epsilon\mu} \quad (\text{II-46})$$

Ce qui permet de définir pour des matériaux diélectriques purs :

$$n = \sqrt{\epsilon} \quad (\text{II-47})$$

c. Validation expérimentale

Pour rappel, la réalisation de ce modèle mathématique (Equation (II-44)) a pour but de corriger les instabilités du modèle de Nicholson et Ross à haute fréquence. Cette méthode a été testée en premier lieu sur la cellule de mesure 13mm (voir **Figure 25**) qui ne doit théoriquement pas monter à plus de 10GHz. Il est important de rappeler que cette limite en fréquence est simplement fixée par les dimensions de la cellule et génère au-delà des modes supérieurs non pris en compte dans le modèle de calcul de permittivité et de perméabilité.



Figure 25 Images de la cellule coaxiale 13mm et de son porte échantillon de 12mm de long

Tout comme les simulations réalisées, la validation du modèle avec la cellule de mesure 13mm a été faite sur un échantillon de téflon d'une longueur de 12mm de long également. De même la bande de fréquence choisie est 100MHz à 15GHz afin de correspondre à celle de la simulation. La fréquence maximale de mesure est donc supérieure à la fréquence maximale d'utilisation théorique de la cellule. Nous devrions donc observer des effets supplémentaires induits par la génération de modes supérieurs s'ils existent.

Les résultats obtenus sur le calcul de la permittivité et de la perméabilité sont montrés sur la **Figure 26** et la **Figure 27**. On observe une déviation de la mesure de permittivité et de perméabilité autour de 4GHz lorsque l'on utilise la technique de mesure classique. Au contraire l'utilisation de notre modèle permet de corriger ces sauts et ainsi d'obtenir une mesure correcte sur toute la bande de fréquence. Les mesures restent stables jusqu'à 8GHz environ. On observe une continuité de celles-ci entre 10GHz et 15GHz avec un effet ondulé et une légère diminution. Nous avons ici considéré qu'au-delà de 10GHz des modes supérieurs pouvaient avoir été générés introduisant ainsi une instabilité dans la mesure de permittivité ou de perméabilité. De plus, l'artefact observé ici comme un pic en plein milieu de la mesure et généré par la résonance mise en évidence en simulation (**Figure 22**) est bien présent.

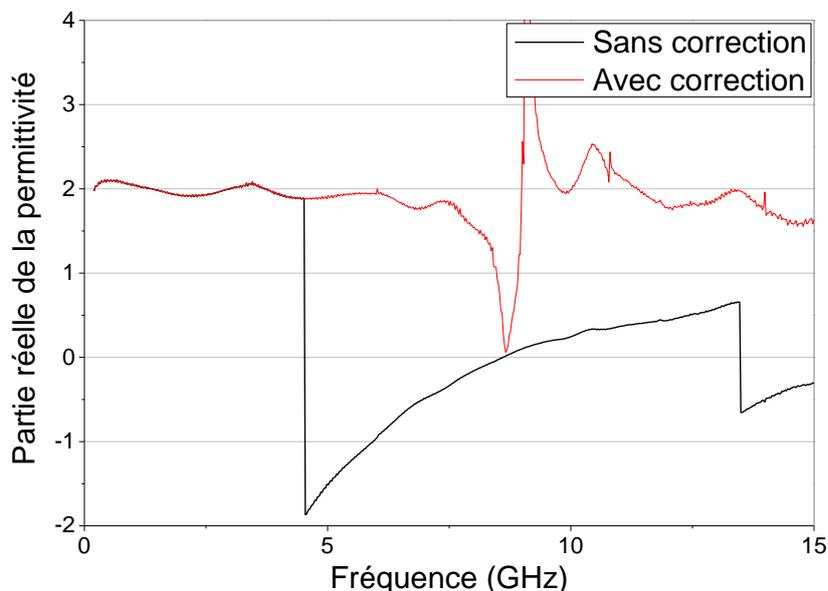


Figure 26 Mesure de la partie réelle de la permittivité d'un échantillon de 12mm de téflon avec et sans correction sur la valeur de z

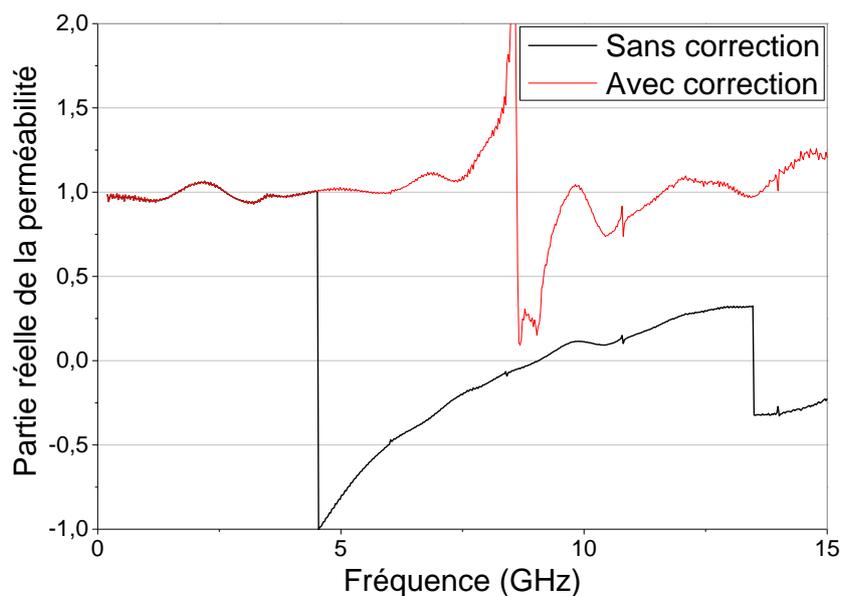


Figure 27 Mesure de la partie réelle de la perméabilité d'un échantillon de 12mm de téflon avec et sans correction sur la valeur de z

Cet artefact apparaît à la même fréquence qu'en simulation mais s'étale un peu plus. Ceci est cohérent puisqu'en pratique une méthode de « *de-embedding* » est appliquée et génère un étalement sur la résonance d'autant plus important que la méthode est approximative. Cet effet est bien un phénomène numérique puisqu'il dépend de l'épaisseur du matériau comme on peut le voir dans le phénomène *Fabry-Pérot* avec les cavités résonnantes.

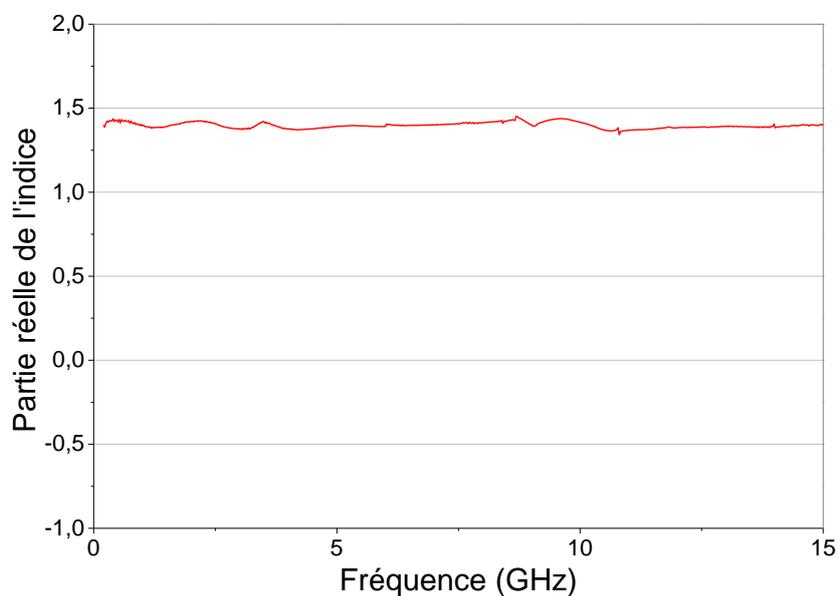


Figure 28 Partie réelle de l'indice d'un échantillon de téflon de 12mm dans la cellule 13mm

Cependant comme précédemment il est possible de le corriger pour des matériaux non magnétiques en calculant simplement l'indice du matériau et en calculant ensuite la permittivité avec $\mu = 1$.

Comme en simulation le résultat obtenu sur la mesure de l'indice du téflon (**Figure 28**) ne montre pas d'artefact et la valeur est centrée autour de 1,4 ce qui donne environ 2 en permittivité (en considérant $\mu = 1$). Nous avons également comparé le résultat du calcul de permittivité à celui sans aucune supposition sur la perméabilité (**Figure 29**).

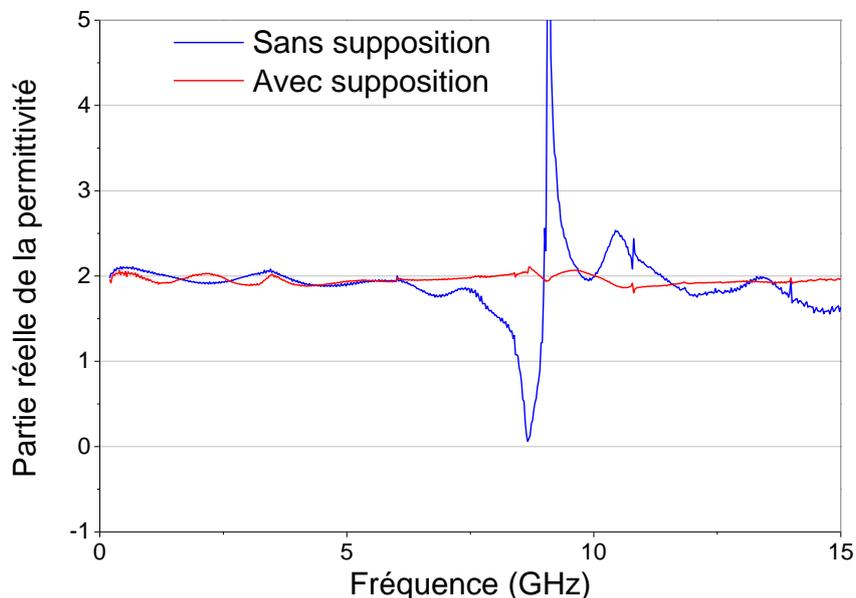


Figure 29 Partie réelle de la permittivité d'un échantillon de téflon de 12mm avec et sans supposition sur la valeur de μ

Le résultat avec supposition paraît correct sur toute la bande fréquence. En revanche pour le deuxième résultat, celui prenant en compte la valeur de μ , on observe toujours l'artefact autour de la fréquence de résonance et des légères oscillations entre 10GHz et 15GHz.

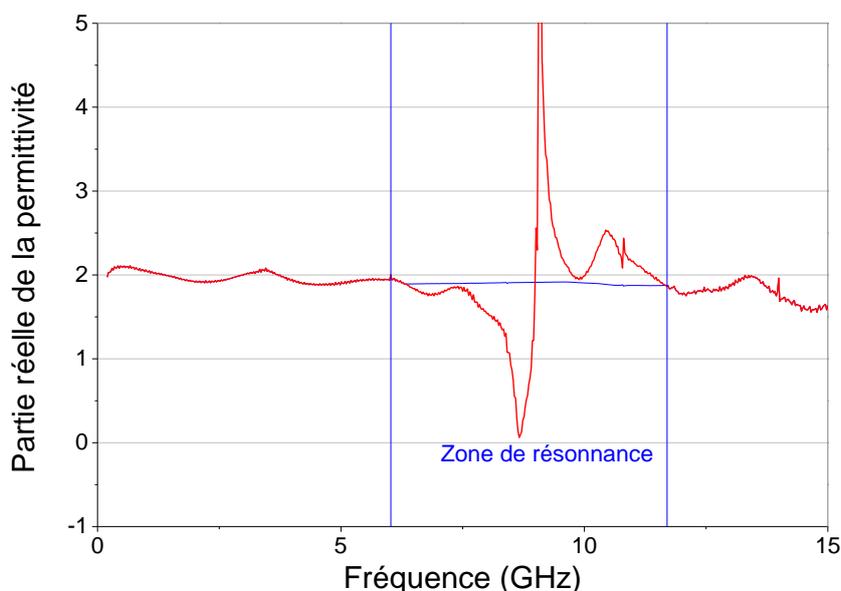


Figure 30 Partie réelle de la permittivité d'un échantillon de téflon de 12mm avec et sans correction autour de la résonance

Nous avons donc divisé ces erreurs en deux problèmes distincts :

- L'artefact visualisé sur la mesure peut être corrigé en se focalisant sur une bande de fréquences précise et en appliquant un algorithme itératif [14] sur cette plage. Afin de pouvoir supprimer cet artefact il est nécessaire d'utiliser seulement les paramètres de transmission dans l'algorithme. Ceci n'est donc utilisable que pour des matériaux à faible dispersion en fréquence. Plus la bande de la résonance sera étroite et moins la permittivité sera dispersive. Il est donc nécessaire d'optimiser au mieux la mesure afin de réduire cette zone de résonance.

- Le deuxième problème regroupe les oscillations observées entre 10GHz et 15GHz. Nous avons supposé qu'elles sont dues à l'apparition de modes supérieurs dans la cellule de mesure. En effet dans le calcul de la permittivité on calcul l'indice n et l'impédance Z . Seulement l'impédance Z dépend du mode de propagation de l'onde dans le guide. Il est cohérent que pour des fréquences au-delà de 10GHz (Fréquence maximale de fonctionnement en mode TEM pour une cellule coaxiale de 13mm) l'impédance calculée ne corresponde plus à l'impédance réelle dans le guide avec l'échantillon. Nous n'avons pas eu le temps de poursuivre ces travaux dans le but de finaliser la correction de cet artefact pour tout type d'échantillon.

d. Conclusion

La détermination de la permittivité diélectrique et de la perméabilité magnétique d'un matériau s'effectue à certaines valeurs de fréquences seulement. A l'aide de techniques de mesures dites de transmission/réflexion telles que les mesures en cellule coaxiale il est possible d'obtenir de très larges bandes de fréquences. Cependant les limites de ces bandes de fréquences sont fixées par les dimensions géométriques de la cellule de mesure et celles de l'échantillon. C'est autour de ces limites et plus précisément sur la limite maximale de fréquence en cellule coaxiale que nous avons travaillé.

L'objectif de ces travaux était d'augmenter la plage de fréquence d'utilisation d'une cellule coaxiale dans le cadre de la caractérisation de matériaux. Dans ce cadre nous utilisons une technique directe de détermination de permittivité et de perméabilité, la technique de Nicholson-Ross et Weir, à partir des paramètres S d'un échantillon. Cependant l'utilisation de cette technique est parfois limitée en fréquence. Pour corriger cela nous avons étudié le problème théorique en le corrélant à un ou plusieurs problèmes physiques. De cela, nous avons développé un modèle basé sur l'ajout de termes de phases dans le modèle théorique déjà présent. Nous avons décrit la façon dont on pouvait déterminer ces termes de phases et cela sans prendre en compte la nature de l'échantillon.

Au-delà du problème de mesure à haute fréquence un deuxième problème est apparu. Un artefact de mesure au niveau d'une fréquence de résonance pouvant être reliée à la résonance Fabry-Pérot, apparaît. Cet artefact est localisé au niveau du changement de signe des phases des paramètres S_{11} et S_{21} . Nous avons donc proposé une solution afin de corriger cet artefact dans la mesure à l'aide d'un algorithme de détermination de permittivité et de perméabilité itératif utilisé localement.

Pour finir, dans le cadre de matériaux bien spécifiques tels que les matériaux non-magnétiques, nous avons montré qu'il est possible de considérer seulement l'indice de réfraction et d'en déduire une permittivité. Ce qui permet d'obtenir des résultats très prometteurs dans le calcul de la permittivité en supprimant notamment les effets de l'artefact apparu avec la résonance Fabry-Pérot.

Finalement, suivant les applications et les matériaux caractérisés nous avons montré qu'il est possible d'étudier la permittivité ou la perméabilité d'un matériau sur de plus larges bandes de

fréquences que nous le permettait l'algorithme Nicholson-Ross et Weir. Ces études et notamment celles de la résonance Fabry-Pérot peuvent être encore améliorées. Cette dernière n'est à l'heure actuelle prise en compte dans aucun algorithme de détermination de permittivité ou de perméabilité. Nous travaillons encore sur la correction précise de cet artefact en essayant de comprendre la source de génération de celui-ci. Nous supposons pour l'instant que cette erreur numérique apparait du fait d'une mauvaise prise en compte de la longueur électrique du matériau étudié autour de la zone de résonance.

3. Estimation de l'incertitude de mesure

L'estimation de la précision pour toute grandeur physique, reste un exercice plus ou moins délicat suivant la méthode appliquée et les paramètres d'erreurs pris en compte. Suivant l'application choisie et le matériau sous test, la précision de cette estimation devient importante. Dans le cadre d'une mesure de permittivité ou de perméabilité simple en fonction de la fréquence, la précision peut être induite par le choix de la technique de mesure utilisée mais dépend également des modèles mathématiques appliqués par la suite pour obtenir les valeurs d'intérêt dans la mesure. Nous avons listé, pour une méthode de transmission/réflexion, une liste de sources d'erreurs qui nous semble prépondérante:

- Erreurs de l'analyseur de réseau
- Incertitudes sur la longueur de l'échantillon
- Incertitudes sur la position des plans de références

Sachant que dans notre cas, le calcul se fait en 3 parties entre la mesure des paramètres S avec un analyseur de réseau et le calcul de la permittivité et de perméabilité basé sur la technique de Nicholson Ross.



Figure 31 Étapes de mesures de permittivité et de perméabilité à partir des paramètres S

Avant de prendre en compte les erreurs listées, il est important de bien définir les incertitudes d'entrées qui sont pour nous celles de l'analyseur de réseau. Celles-ci seront propagées le long de la chaîne de calcul jusqu'à la valeur de permittivité et de perméabilité.

Tout d'abord l'erreur générée par l'analyseur de réseau peut être considérée comme une erreur fixe qui dépend simplement de la mesure elle-même. En effet, avant chaque mesure nous utilisons une méthode de calibrage afin d'obtenir la mesure de la cellule seule donnant accès à une incertitude de mesure de celle-ci. Ces incertitudes sont définies dans les données fournies par les constructeurs (« *datasheet* ») des kits de calibrage. Dans notre cas celui utilisé est le kit TOSLN50A-18 [65] de la marque *Anritsu* permettant de réaliser un calibrage jusqu'à 18GHz. On note ΔS_{11} , ΔS_{12} , ΔS_{21} et ΔS_{22} les incertitudes de la mesure faites par l'analyseur de réseau (voir **Figure 32**, **Figure 33**, **Figure 34**, **Figure 35**).

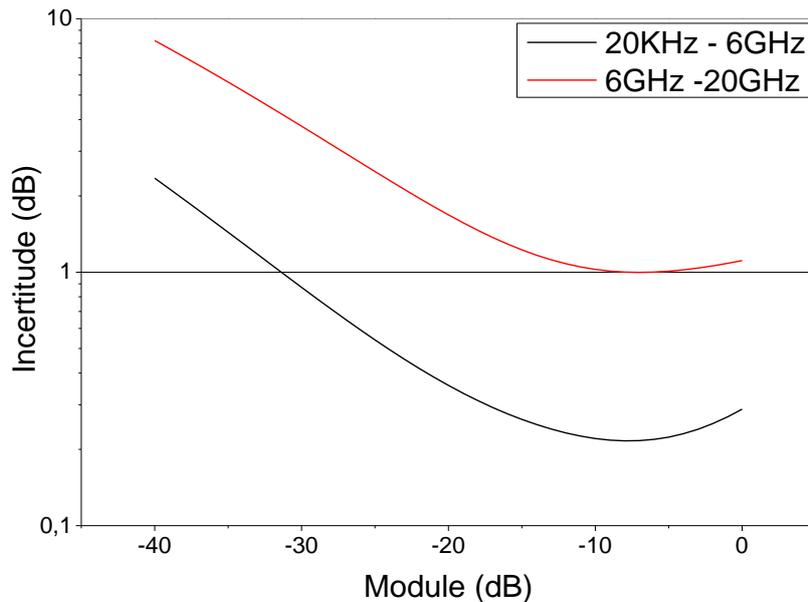


Figure 32 Incertitude du module du S_{11} en fonction du module du S_{11} mesuré. Ces valeurs sont extraites de la fiche de caractéristiques (« *datasheet* ») du kit de calibrage ANRITSU TOSLN50A-18

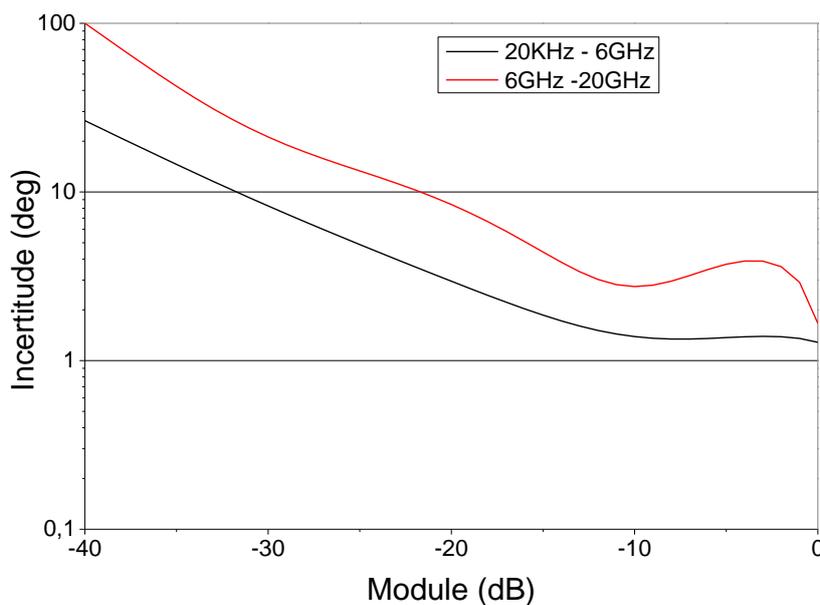


Figure 33 Incertitude de la phase du S_{11} en fonction du module du S_{11} mesuré. Ces valeurs sont extraites de la fiche de caractéristiques (« *datasheet* ») du kit de calibrage ANRITSU TOSLN50A-18

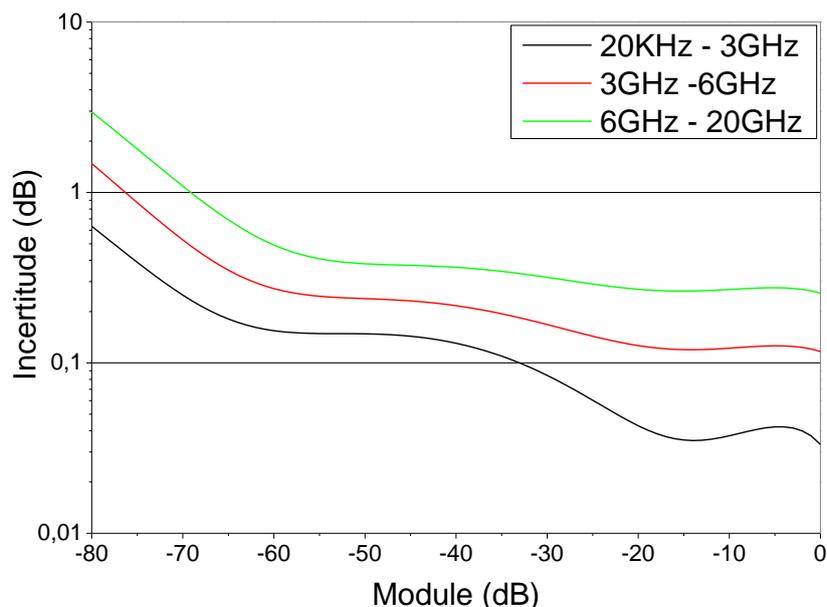


Figure 34 Incertitude du module du paramètre S_{21} en fonction du module du paramètre S_{21} mesuré. Ces valeurs sont extraites de la fiche de caractéristiques (« *datasheet* ») du kit de calibrage ANRITSU TOSLN50A-18

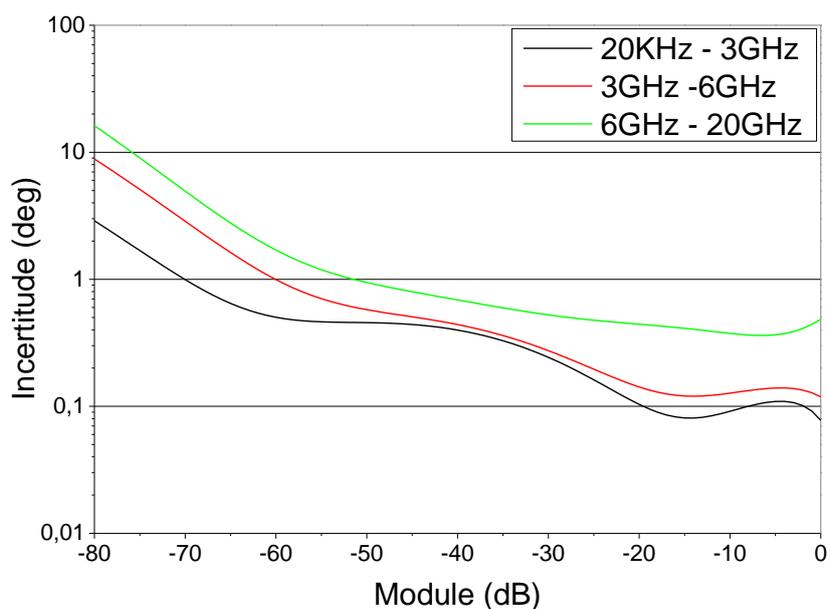


Figure 35 Incertitude de la phase du paramètre S_{21} en fonction du module du paramètre S_{21} mesuré. Ces valeurs sont extraites de la fiche de caractéristiques (« *datasheet* ») du kit de calibrage ANRITSU TOSLN50A-18

Aux incertitudes de mesure des paramètres S viennent s'ajouter des incertitudes de mesure de longueurs. Les algorithmes de « *de-embedding* » et de Nicholson et Ross sont basés sur la détermination des longueurs électriques d'éléments à soustraire numériquement de la mesure et ainsi que celle de l'échantillon à caractériser. A cause de cela il est nécessaire d'attribuer une erreur sur ces données. On notera Δl_1 et Δl_2 les incertitudes de mesure des longueurs électriques des parties coniques de la cellule ainsi que ΔL l'incertitude de mesure de la longueur électrique de l'échantillon.

Enfin une dernière erreur est souvent traitée dans la littérature [66] spécifiquement dans le cadre où le diamètre de l'échantillon est petit faisant augmenter le rapport de l'erreur sur la longueur. Dans notre cas le diamètre d'un échantillon est de 13mm. En considérant une erreur de 0,1mm de diamètre dans la construction de l'échantillon, nous pouvons négliger cette erreur. La prise en compte de cette erreur s'avère d'autant plus difficile qu'il serait nécessaire de considérer toutes les déformations sur l'extérieur de l'échantillon pour être sûr de corriger au mieux cette erreur. Pour cela nous avons préféré nous concentrer sur les autres erreurs qui sont pour nous plus décisives.

Il en résulte finalement 4 erreurs de mesures que nous définissons comme : $\Delta\varepsilon'$, $\Delta\varepsilon''$, $\Delta\mu'$, $\Delta\mu''$ représentant les erreurs des parties réelles et imaginaires de la permittivité et de la perméabilité mesurée.

Chaque méthode de calcul utilisée a été dérivée de façon à exprimer les erreurs en sortie en fonction des erreurs d'entrées.

a. Erreurs sur le calcul de « de-embedding »

En ce qui concerne le modèle d'erreur sur le « de-embedding », nous avons considéré l'utilisation de la méthode simple présentée à travers les équations II-1 à II-4.

L'erreur donnée par le « de-embedding » peut être écrite comme la somme des erreurs sur chaque composante de la mesure :

$$\Delta S^{de}_{11} = \sqrt{\left(\frac{\partial S^{de}_{11}}{\partial |S_{11}|} \Delta |S_{11}| \right)^2 + \left(\frac{\partial S^{de}_{11}}{\partial \theta_{S_{11}}} \Delta \theta_{S_{11}} \right)^2 + \left(\frac{\partial S^{de}_{11}}{\partial l_1} \Delta l_1 \right)^2} \quad (\text{II-48})$$

$$\begin{aligned} \Delta S^{de}_{21} \\ = \sqrt{\left(\frac{\partial S^{de}_{21}}{\partial |S_{21}|} \Delta |S_{21}| \right)^2 + \left(\frac{\partial S^{de}_{21}}{\partial \theta_{S_{21}}} \Delta \theta_{S_{21}} \right)^2 + \left(\frac{\partial S^{de}_{21}}{\partial l_1} \Delta l_1 \right)^2 + \left(\frac{\partial S^{de}_{21}}{\partial l_2} \Delta l_2 \right)^2} \end{aligned} \quad (\text{II-49})$$

Avec

$$\frac{\partial S^{de}_{11}}{\partial |S_{11}|} = e^{-2\gamma_0 l_1} * e^{j\theta_{S_{11}}} \quad (\text{II-50})$$

$$\frac{\partial S^{de}_{11}}{\partial \theta_{S_{11}}} = e^{-2\gamma_0 l_1} * j * \theta_{S_{11}} * S_{11} \quad (\text{II-51})$$

$$\frac{\partial S^{de}_{11}}{\partial d_1} = -2\gamma_0 * e^{-2\gamma_0 l_1} * S_{11} \quad (\text{II-52})$$

$$\frac{\partial S^{de}_{21}}{\partial |S_{21}|} = e^{-\gamma_0 l_1} * e^{-\gamma_0 l_2} * e^{j\theta_{S_{21}}} \quad (\text{II-53})$$

$$\frac{\partial S^{de}_{21}}{\partial \theta_{S_{21}}} = e^{-\gamma_0 l_1} * e^{-\gamma_0 l_2} * j * \theta_{S_{21}} * S_{21} \quad (\text{II-54})$$

$$\frac{\partial S^{de}_{21}}{\partial l_1} = \frac{\partial S^{de}_{21}}{\partial l_2} = -\gamma_0 * e^{-\gamma_0 l_1} * e^{-\gamma_0 l_2} * S_{21} \quad (\text{II-55})$$

Pour des raisons de symétries, on peut remplacer les indices 11 et 21 par 22 et 12 respectivement afin d'exprimer les équations des deux autres paramètres S. De plus les paramètres S^{de} représentent les mesures de paramètres S après le « *de-embedding* ».

En prenant cela en considération on peut calculer les termes dérivés et donc les fonctions erreurs pour chaque paramètre S.

b. Erreurs sur le calcul de la permittivité et perméabilité

Par la suite nous avons estimé l'erreur obtenue sur les parties réelles et imaginaires de la permittivité et de la perméabilité en fonction de l'erreur calculée pour les paramètres S de l'échantillon ainsi que de la longueur de l'échantillon. Etant donné que la méthode Nicholson Ross est très utilisée dans la littérature des modèles d'incertitudes ont également été développées [14]. On obtient ainsi les équations suivantes :

$$\Delta \varepsilon'_R = \sqrt{\left(\frac{d\varepsilon'_R}{d|S_\alpha|} \Delta |S_\alpha|\right)^2 + \left(\frac{d\varepsilon'_R}{d\theta_{S_\alpha}} \Delta \theta_{S_\alpha}\right)^2 + \left(\frac{d\varepsilon'_R}{dl} \Delta L\right)^2} \quad (\text{II-56})$$

$$\Delta \varepsilon''_R = \sqrt{\left(\frac{d\varepsilon''_R}{d|S_\alpha|} \Delta |S_\alpha|\right)^2 + \left(\frac{d\varepsilon''_R}{d\theta_{S_\alpha}} \Delta \theta_{S_\alpha}\right)^2 + \left(\frac{d\varepsilon''_R}{dl} \Delta L\right)^2} \quad (\text{II-57})$$

$$\Delta \mu'_R = \sqrt{\left(\frac{d\mu'_R}{d|S_\alpha|} \Delta |S_\alpha|\right)^2 + \left(\frac{d\mu'_R}{d\theta_{S_\alpha}} \Delta \theta_{S_\alpha}\right)^2 + \left(\frac{d\mu'_R}{dl} \Delta L\right)^2} \quad (\text{II-58})$$

$$\Delta \mu''_R = \sqrt{\left(\frac{d\mu''_R}{d|S_\alpha|} \Delta |S_\alpha|\right)^2 + \left(\frac{d\mu''_R}{d\theta_{S_\alpha}} \Delta \theta_{S_\alpha}\right)^2 + \left(\frac{d\mu''_R}{dl} \Delta L\right)^2} \quad (\text{II-59})$$

Avec α l'indice du paramètre S concerné (11, 21, 12 ou 22). Dans notre cas le couple S_{11} et S_{21} est utilisé dans le modèle d'incertitude afin de prendre en compte la transmission et la réflexion de la mesure dans le sens du port 1 vers le port 2.

Etant donné que les incertitudes sur les longueurs sont mesurées généralement manuellement, nous avons fixés Δl_1 , Δl_2 et ΔL à 0,1mm.

c. Mesures

En utilisant ce modèle d'incertitude, nous avons pu calculer les erreurs relatives de certaines mesures de permittivité et de perméabilité en fonction de la fréquence dans l'objectif de déterminer les sources d'erreurs principales. Nous avons observé que la plupart des erreurs prépondérantes étaient des erreurs fixes et peuvent donc dans certains cas devenir négligeable par rapport à la mesure obtenue. En effet les erreurs de l'analyseur de réseaux ou celles des longueurs électriques mesurées sont fixes. Cependant celles des longueurs peuvent être plus ou moins importantes suivant la technique de détermination de ces longueurs utilisées.

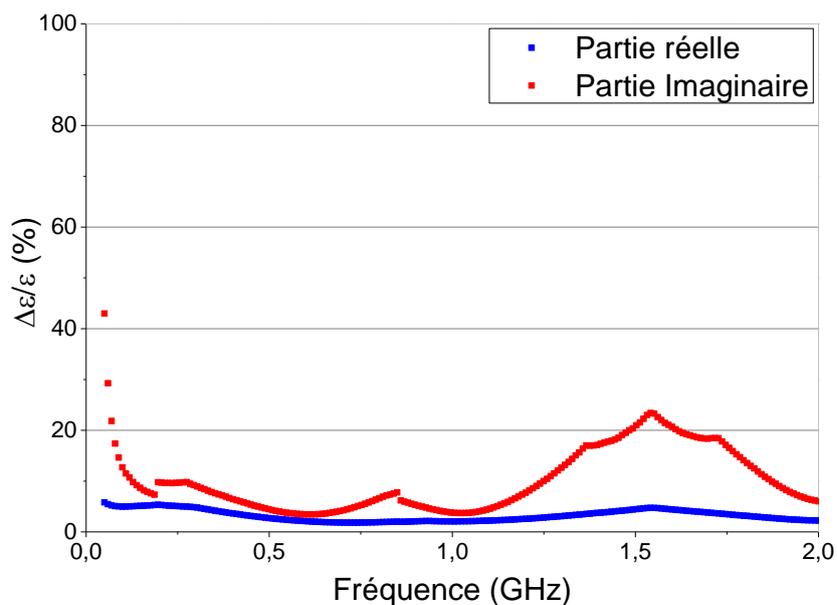


Figure 36 Incertitude de mesure d'un échantillon de 24mm de long d'octanol entre 50MHz et 2GHz

En premier lieu, des mesures ont été faites sur de l'octanol en utilisant un porte échantillon de 24mm (**Figure 36**). Les résultats montrent que les incertitudes de mesure sur la partie réelle sont plus faibles que la partie imaginaire. Tout d'abord il est nécessaire de dire, que plus la valeur mesurée est grande et plus l'incertitude est faible. Dans ce cas la partie réelle de l'octanol est comprise entre 3 et 10 alors que la partie imaginaire est inférieure à 3. Cela explique donc la différence d'incertitudes. Plus la mesure est proche de 0 et plus cette incertitude relative que nous avons affichée sera grande. Ces résultats montrent également une limite à la mesure de partie imaginaire très proche de 0. En effet les systèmes de transmission ou de réflexion ne sont pas adaptés à la mesure de pertes diélectriques mais sont au contraire très fiables pour des mesures de permittivité classique. Etant donné que les erreurs de longueur ont été fixées à $\pm 0.1\text{mm}$, nous avons décidé de visualiser l'impact de ces erreurs sur l'erreur totale. Pour cela nous avons multiplié par 5 l'erreur de départ et avons recalculé l'erreur totale (**Figure 37**).

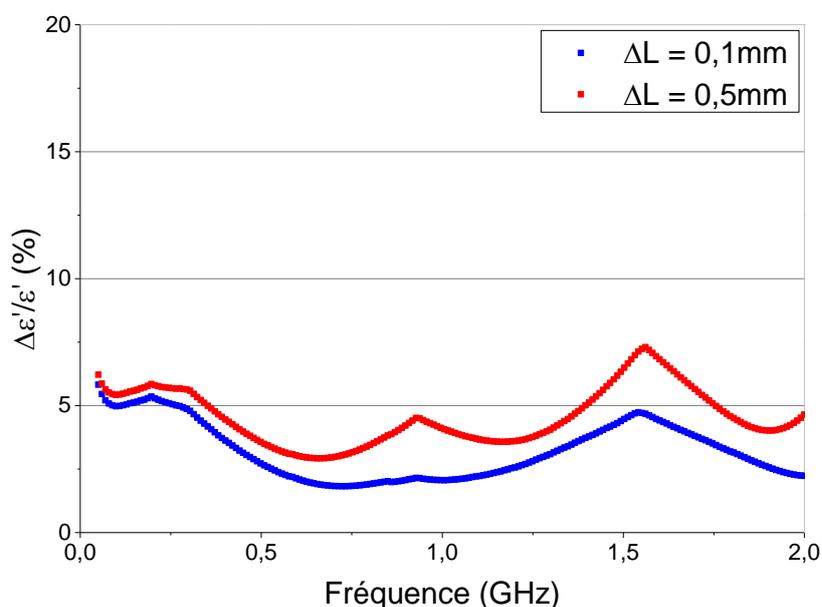


Figure 37 Comparaison des incertitudes de mesure de permittivité de l'octanol avec diverses valeurs d'incertitudes sur les longueurs à mesurer

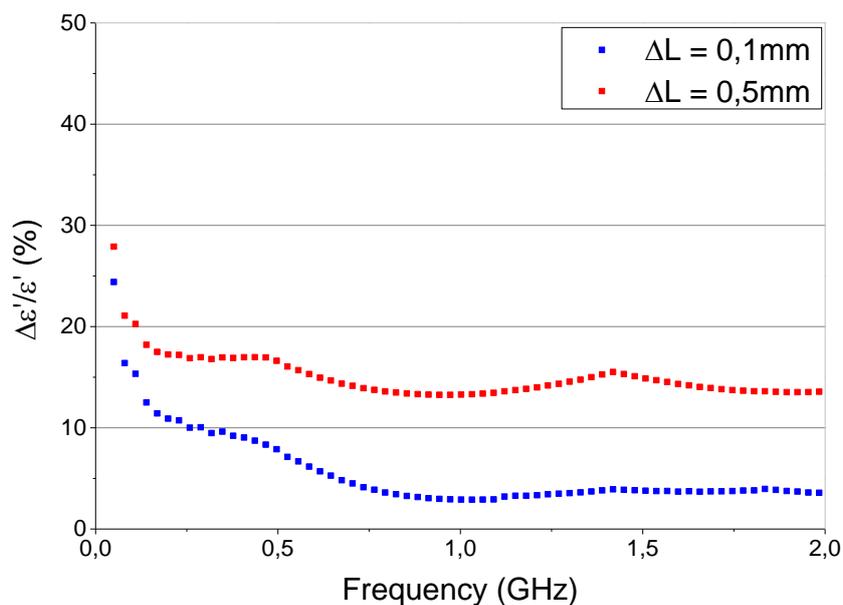


Figure 38 Comparaison des incertitudes de mesure de permittivité de l'APU10 avec diverses valeurs d'incertitudes sur les longueurs à mesurer

Les résultats ont montré une légère différence sur les incertitudes. Ceux-ci sont confirmés par le fait que l'échantillon mesuré fait 24mm de long et une erreur inférieure à 1mm reste négligeable. Si on considère maintenant un matériau solide de faible longueur tel que de l'APU10 où l'échantillon de mesure fait 1,8mm de long, on observe des résultats bien différents (**Figure 38**).

On note que l'erreur obtenue monte fortement quand on considère une erreur de longueur de 0,5mm. Ce résultat est cohérent puisque le rapport entre 24 et 0,5 est bien supérieur à celui de 1,8 sur 0,5.

d. Conclusion

Au-delà de l'amélioration des techniques de détermination de permittivité et de perméabilité, l'estimation des incertitudes est nécessaire. On associe souvent une erreur sur une mesure de permittivité ou perméabilité en technique de transmission/réflexion à $\pm 10\%$ et on considère la mesure des pertes peu précises sans considérer les valeurs exactes.

Nous avons donc voulu étudier au mieux notre système de caractérisation de matériaux constitué de la cellule coaxiale de mesure 13mm et d'un analyseur de réseau. L'intérêt principal de cette étude d'incertitude était de souligner les erreurs prépondérantes de notre chaîne de calcul et de mesure. A travers ces derniers résultats, nous avons montré qu'une erreur systématique existe et est induite par les erreurs de calibrage. Cependant une erreur de mesure est, elle, très variable et peut être assimilée à une erreur de mesure sur la longueur de l'échantillon où à une erreur de dimensionnement de celui-ci.

De ce fait il devient important et même indispensable d'usiner précisément les échantillons et de considérer dans les calculs la longueur de l'échantillon la plus correcte possible sous peine

d'impacter les incertitudes des mesures de manière importante. Cependant ceci est surtout valable pour des échantillons solides de faible dimension. Pour le cas des matériaux relativement longs devant l'erreur de longueur considérée, il n'est pas forcément nécessaire de mesurer la longueur parfaitement. Enfin dans le cas de poudres, de liquides ou autres matériaux non solides, cette erreur devient négligeable et l'erreur que l'on peut mesurer se résumera qu'à une erreur statique induite par le kit de calibrage.

4. Discussion et conclusion

L'estimation des grandeurs électromagnétiques des matériaux n'est pas intrinsèquement parfaite. Il est donc déterminant d'approcher au mieux l'intervalle de confiance. Deux solutions se présentent donc : soit améliorer l'outil de mesure afin de diminuer les erreurs, soit estimer cette erreur et la prendre en compte dans les calculs. Dans cette partie, nous avons amélioré les mesures en améliorant la technique de mesure elle-même en modifiant la technique de « *de-embedding* », modifié le modèle de calcul de permittivité et de perméabilité afin d'agrandir la plage de fonctionnement en fréquence et enfin, estimé l'erreur obtenue dans certaines conditions de mesure.

- L'amélioration de la méthode du « *de-embedding* » a montré l'importance d'une meilleure prise en compte du design réel de la cellule de mesure dans les conditions où le matériau étudié possède un faible impact sur la transmission du signal. De plus, cette étape permet d'estimer la bonne réalisation de la cellule de mesure.

- L'estimation de la permittivité et de la perméabilité à travers la méthode de Nicholson et Ross a montré les limites de cette méthode à haute fréquence. Cette limite a pu être théoriquement corrigée à travers des termes de phases pris en compte dans le modèle. Cependant en pratique un phénomène physique, l'effet Fabry-pérot, implique des artefacts conséquents dans la mesure. Ces artefacts que l'on peut considérer comme des erreurs en pratique, sont très difficiles à corriger. Une solution a été proposée pour les matériaux purement diélectriques permettant de considérer μ à 1 et donnant accès à des mesures de permittivité sans artefact. Dans le cas des matériaux magnétiques, nous proposons l'utilisation d'une méthode itérative dans la zone de l'artefact en ne considérant que les paramètres S12 et S21. Cette méthode est plus risquée et est préférable pour des matériaux à faibles dispersions en fréquence.

- Il est fondamental de considérer certaines erreurs. Il existe deux grandes familles d'erreurs : Celles liées au système de mesure (Analyseur de réseau et cellule de mesure) et celles liées au matériau lui-même. La seconde famille ne peut pas être prise en compte puisque ce sont des paramètres physicochimiques, non maîtrisables et qui n'incombent pas à l'expérimentateur qui effectue la mesure. C'est un état de fait. Par contre pour la première famille, là, les erreurs peuvent être quantifiées. Cependant, la liste d'erreurs potentielles étant difficilement exhaustive, nous en avons sélectionnées certaines que nous supposons prépondérantes dans le traitement des mesures connues ; les erreurs intrinsèques aux appareils de mesure (analyseur de réseau) ainsi que certaines erreurs liées à la géométrie de la cellule de mesure et à la forme de l'échantillon. Cette approche, nous permet de visualiser l'impact de certaines sources d'erreurs sur les calculs des grandeurs magnéto-diélectrique. A partir des résultats, l'impact des erreurs du VNA s'avère relativement limité tandis que les erreurs sur le positionnement des plans de référence et sur l'épaisseur de l'échantillon sous test ont, elles, un impact beaucoup plus conséquent. Cet impact est visualisé à partir de la comparaison entre un échantillon liquide pour lequel la longueur est fixée mécaniquement par le principe même du porte échantillon et un échantillon solide pour lequel la prise de la mesure de l'épaisseur peut être délicate comme avec le matériau magnéto-diélectrique APU10 qui présente une certaine élasticité.

CHAPITRE III. CARACTERISATION DE MATERIAUX EN TEMPERATURE

Comme présenté dans l'état de l'art de cette thèse, la caractérisation de matériaux en fonction de la température se développe de plus en plus. Cependant, il n'existe toujours pas à l'heure actuelle de banc de mesure de caractéristiques électromagnétiques large bande de fréquences dans l'industrie. L'objectif de la thèse a donc été de réaliser des systèmes de caractérisation de matériaux très large bande de fréquences en y ajoutant des systèmes de thermorégulation. Les différentes problématiques de la mise en température d'un dispositif de mesure ont été fortement étudiées dans cette thèse et des solutions ont été proposées.

Partant du principe que nous voulons réaliser des mesures sur la plus large bande de température possible et surtout atteindre des températures d'intérêt défense (200°C). Nous avons divisé cette gamme de température en 3 zones distinctes.

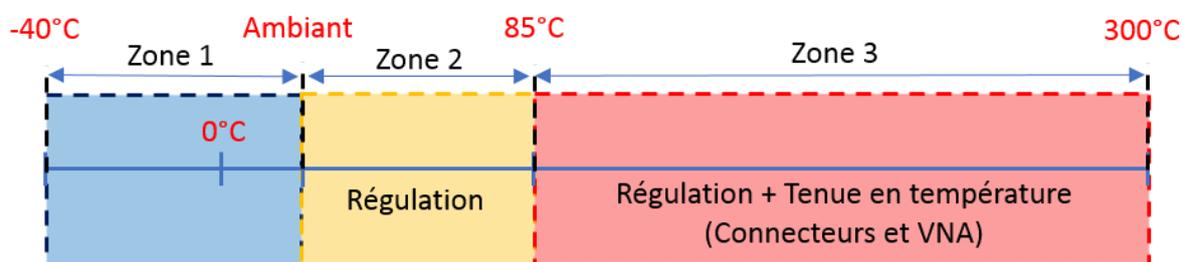


Figure 39 Répartition des bancs de mesure sur la gamme de température -40/300°C

Sur la **Figure 39** sont présentées trois zones de température : La première en bleu -40°C / ambiant, la deuxième en jaune ambiant / 85°C et la troisième en rouge 85°C/300°C. Trois bancs de mesure en température ont donc été développés pendant cette thèse, un ciblant la zone de température jaune, un autre ciblant la zone rouge et enfin un dernier couvrant la zone bleu. La séparation de ces zones a été fixée par un problème physique et mécanique sur la conception d'un banc de mesure en température dans le domaine hyper fréquence et sera expliquée dans la suite de cette partie.

Le premier banc de mesure concerne donc la zone de température jaune et est basé sur l'implémentation d'un système de thermorégulation aux cellules coaxiales présentes au laboratoire. Les cellules coaxiales sont les cellules 13mm et 7mm présentées dans le Chapitre 1. Du fait de la différence de diamètre des cellules, ce banc de mesure permet d'allier la caractérisation de tous les types de matériaux avec la mesure sur de très larges bandes de fréquence. Nous présentons tous les outils numériques et physiques qui nous ont permis de réaliser les différentes mesures présentées à la suite du document et celles affichées lors des nombreuses conférences.

La complexité de la mesure de permittivité et de perméabilité à haute température présentée par les problématiques observées avec le premier banc de mesure en température nous a amené à développer un banc spécifique aux températures dites élevées (zone rouge). La principale problématique est le contrôle de la température dans l'ensemble du banc de mesure et donc la limitation de la température des composants sensibles, comme les connecteurs ou les câbles de l'analyseur de réseau. Autour de cela nous présentons un tout nouveau système de connexion permettant l'isolement du système de mesure hyperfréquence (Analyseur de réseau et câbles)

de la zone très haute température. Nous présentons donc dans cette deuxième partie les étapes de la réalisation de ce nouveau banc et la liste des différents outils nécessaires à la caractérisation des matériaux sous tests.

Dans la continuité des mesures de la zone 2, nous avons réalisé des mesures à partir de -40°C jusqu'en ambiant (zone 1) à l'aide de la cellule 13mm. Ces mesures sont présentées en dernière partie afin d'expliquer la solution technologique appliquée afin d'effectuer des mesures très basses températures tout en conservant le moyen de mesure déjà existant.

1. Banc de mesure moyenne température

Comme précisé, les deux premiers bancs de mesure réalisés sont des adaptations d'un module de thermorégulation à deux cellules de mesure. Chaque cellule est adaptée au matériau à étudier. La première cellule, celle de 13mm de diamètre, a été conçue dans l'objectif d'étudier tous les types de matériaux jusqu'à 10GHz. Au contraire la deuxième, de 7mm de diamètre, a été réalisée spécifiquement pour des matériaux solides et permet de caractériser ceux-ci jusqu'à 18GHz.

Dans cette partie, nous présentons les deux bancs de mesure en température avec les deux cellules de mesure sachant que le système de chauffage est identique. Les bancs de mesure ont été réalisés de façon à ne changer que la cellule de mesure pour étudier tous les matériaux sur les bandes de fréquence d'intérêt, avec le minimum de matériel. Pour atteindre des températures moyennes, jusqu'à 85°C , les cellules 13mm et 7mm (**Figure 5** et **Figure 6**) déjà présentées sont utilisées. Elles ont été équipées d'un système externe de thermorégulation, composé d'une bague métallique de chauffage (Collier de buse type CBE), d'une sonde thermique (PT100) et d'un régulateur PID (Fuji Electric PXF4). Tout ce matériel nous a été fourni par la société ACI (Application Chauffage Industrie, Oyonnax, France). L'ensemble du système permet une boucle de chauffage simple contrôlable à travers le régulateur PID et une communication de type ModBus. Le point sensible du système est la connexion entre la cellule et les câbles de mesure de l'analyseur de réseau grâce à des connecteurs coaxiaux classiques. Ceux-ci ne supportent que des températures $\leq 85^{\circ}\text{C}$ (Connecteurs RPC-7, Rosenberger, ref : 07P121-P00S3).

Afin de valider les mesures en température nous avons choisi comme matériaux, des liquides bien connus dans la littérature. Ceux-ci sont l'octanol, l'éthanol et le cyclohexanol. Le choix s'est porté sur les liquides afin de pouvoir s'affranchir au maximum des sources d'erreurs liées à l'homogénéité de l'échantillon. De plus, les variations de permittivité des alcools en fonction de la température et de la fréquence sont visibles et bien connues de la littérature. Pour compléter cette validation nous avons réalisé des inter-comparaisons avec un laboratoire lyonnais, le CETIAT¹.

Pour finir des tests ont été effectués sur des matériaux peu connus comme des mélanges argileux ou encore des matériaux solides magnéto-diélectriques (SIEPEL APU10).

¹ **CETIAT** : Centre Technique des Industries Aéronautiques et Thermiques,
Domaine scientifique de la Doua, Avenue des Arts, Villeurbanne
Contact : Eric GEORGIN

a. Présentation des deux systèmes de mesure

Basé sur la technique de caractérisation de matériau en fréquence présentée dans le Chapitre 1, nous avons développé un outil permettant de corréler cette technique de mesure à une variation de température (**Figure 40**).

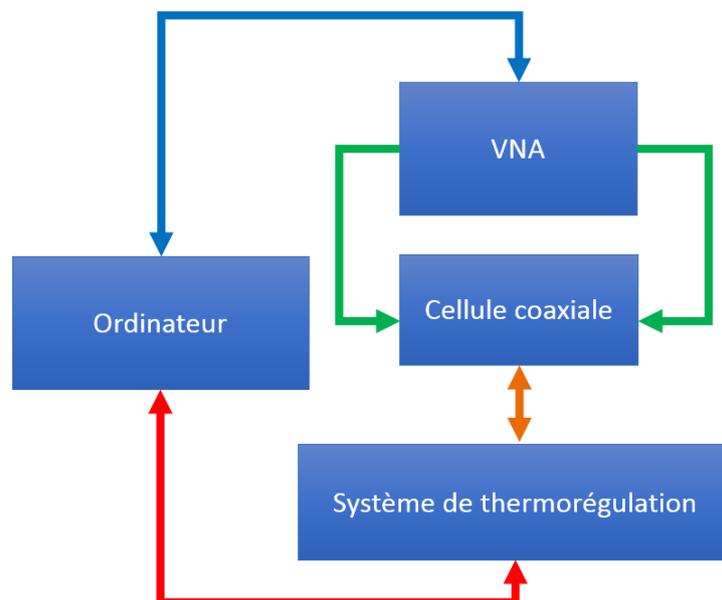


Figure 40 Synoptique du banc de mesure à moyenne température. **Rouge** : Connexion USB, **Vert** : Câbles coaxiaux, **Orange** : Bague métallique, **Bleu** : LAN (Local Area Network).

Le système de mesure est basé sur un moyen de thermorégulation, regroupant un Contrôleur PID (*PXR4*) contrôlant la température précisément à l'aide d'une bague chauffante en laiton et d'une sonde de température (*PT100*) placée entre la bague et la cellule de mesure. La température de la bague est adaptée en fonction de la mesure de la sonde de température.

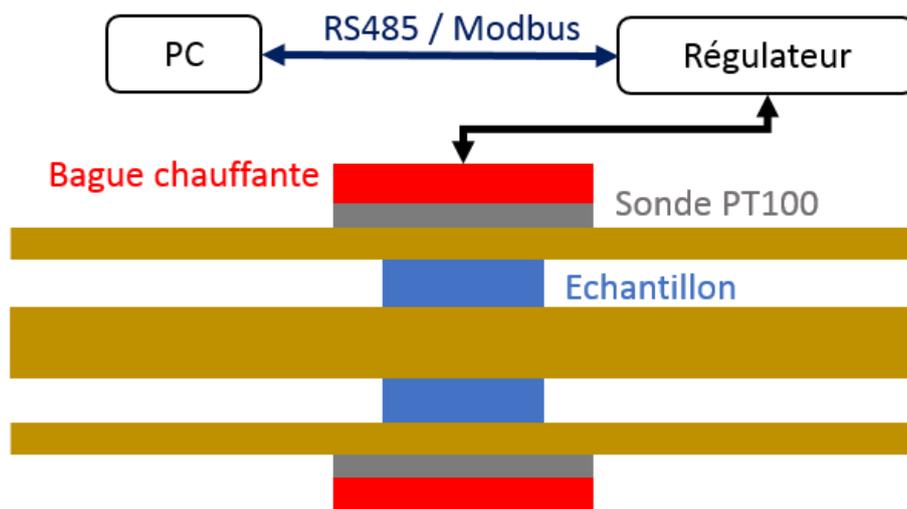


Figure 41 Schématique du banc de mesure moyenne température.

Tout comme l'analyseur de réseau, le système de thermorégulation est relié à un ordinateur de manière à contrôler indépendamment mais de façon synchrone la mesure électromagnétique et la gestion de la température de la cellule de mesure. La communication entre le régulateur PID

et l'ordinateur se fait via une liaison série de type *RS485* et le protocole de communication *Modbus*.

Enfin, pour ce banc, moyenne température, les deux cellules coaxiales de mesure, 13mm et 7mm sont utilisées. Dans le cas de la cellule 13mm, la bague chauffante et la sonde viennent se positionner directement autour de la cellule (voir **Figure 42**).

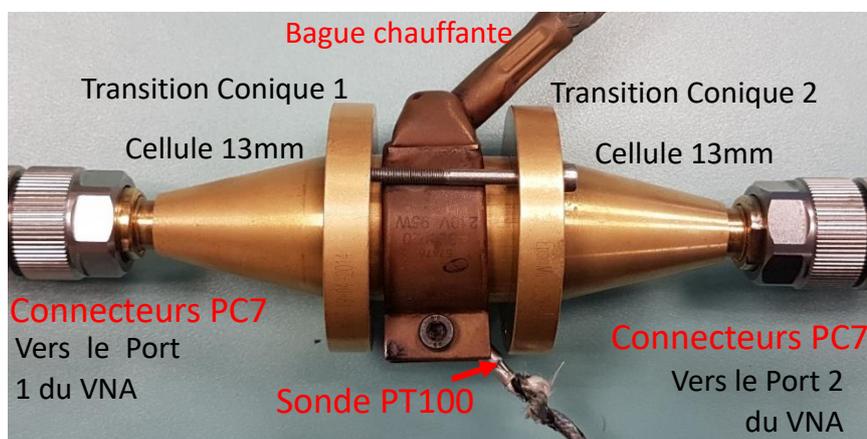
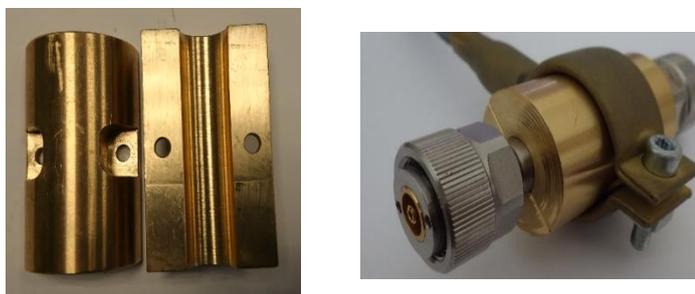


Figure 42 Photo de la cellule 13mm avec la bague chauffante et la sonde de température.

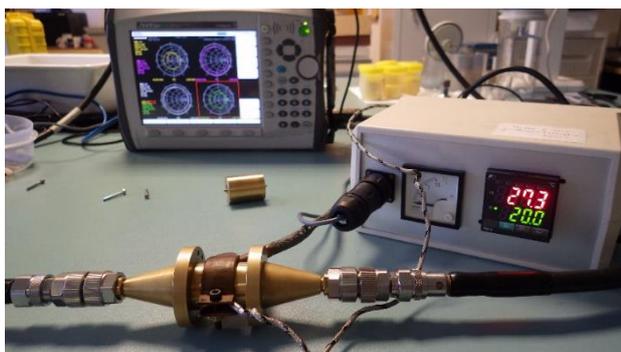
En revanche la cellule de 7mm, possédant un diamètre plus petit, a dû être adaptée au diamètre de la bague chauffante. Une pièce mécanique d'adaptation dimensionnelle a donc été réalisée (voir **Figure 43**).

Figure 43 A gauche se trouve la pièce d'adaptation de la cellule 7mm vers la bague chauffante. A droite, une photo de la cellule 7mm montée avec la pièce d'adaptation et bague chauffante



Grâce à ce système de mesure il est donc possible de caractériser les échantillons dans la cellule souhaitée sans changer de système de thermorégulation. Une fois la bague chauffante et la sonde de température mises en place on retrouve un banc complet où la variation de température et la mesure de permittivité et de perméabilité sont dissociées.

Figure 44 Photo du banc de caractérisation de matériaux moyenne température, complet, avec la cellule 13mm



Le système complet, piloté par un ordinateur, est géré de façon synchrone par un logiciel développé au laboratoire par nos soins. De cette façon nous pouvons gérer la montée de la température de la cellule, contrôler la température via la sonde PT100 et dialoguer avec l'analyseur de réseau afin de réaliser une mesure de permittivité et de perméabilité.

Le fait de décorrélérer la température de la mesure électromagnétique, nous a permis de se concentrer pendant la thèse sur le contrôle de la température au sein de l'échantillon. De plus la montée en température dans une cellule peut générer des problèmes physiques pouvant engendrer des erreurs dans la mesure hyperfréquence. Dans la suite des explications, toutes les mesures ou simulations ont été faites avec la cellule 13mm. Cependant cela reste vrai pour la cellule 7mm également. Les valeurs peuvent changer mais le principe reste le même.

b. Procédé de mise en température

Avant de réaliser des mesures en température il est nécessaire d'étudier le comportement général de la cellule de mesure en température. L'architecture et le positionnement de l'élément chauffant ont amené plusieurs problèmes distincts qui au long de la thèse ont été corrigés et/ou compensés :

- Transfert de chaleur.

Lors d'une phase de chauffage de la cellule de mesure la bague chauffage positionnée autour du porte échantillon permet le chauffage homogène de celui-ci. En revanche la chaleur propagée de la bague chauffante vers l'échantillon est également propagée vers l'extrémité de la cellule par le laiton qui la constitue. Grâce à la simulation il est possible de montrer à quelle vitesse la température se diffuse dans la cellule.

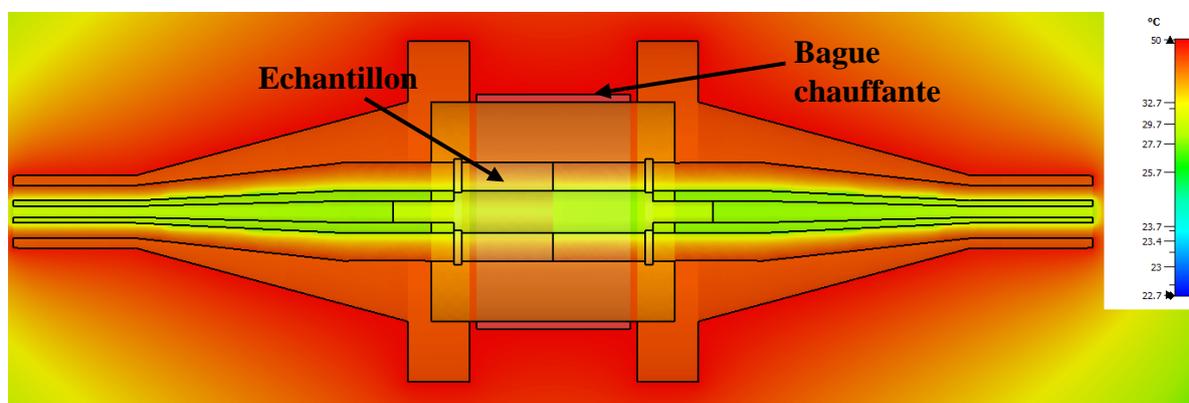
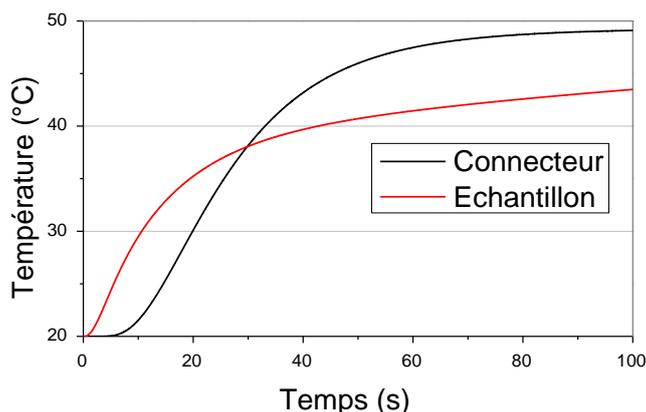


Figure 45 : Coupe d'une Simulation en température de la cellule de mesure 13mm chauffée par une bague chauffante à 50°C après 10s d'attente. Simulation obtenue avec le logiciel *CST Microwave studio* (Dassault Systèmes).

La **Figure 45** montre une image en 2D de la répartition de la chaleur dans la cellule de mesure alors que la température de la bague de chauffage est fixée à 50°C. L'image présente les températures obtenues après 10s d'attente avec une température ambiante de 20°C.

Nous avons également comparé la montée en température d'un échantillon de 20°C à 50°C avec celle d'un connecteur qui serait positionné au bout de la cellule (**Figure 46**).



**Figure 46 : Température d'un connecteur et de l'échantillon au cours du temps.
Simulation thermique temporelle sous *CST Microwave Studio***

Les résultats montrent bien que la montée en température d'un échantillon implique celle de la cellule complète. Cet effet peut au bout d'un certain temps appliquer des variations de température importantes sur les connecteurs utilisés entre la cellule de mesure et les câbles de l'analyseur de réseau. Dans cette thèse nous avons utilisé des connecteurs de marque ROSENBERGER ayant pour limite haute 85°C, d'après le fournisseur. Cette limite nous a amené à limiter la température maximale de mesure pour ce banc en la fixant à 85°C.

Il est possible de pallier à ce problème en utilisant des connecteurs plus chers ou spécifiques. Pour ce banc de mesure nous avons choisi de rester dans cette configuration et les solutions pour les températures plus élevées sont abordées dans la Partie 2 « Banc de mesure très haute température ».

- Effet de dilatation.

Le transfert de chaleur bien présent dans le système de mesure, peut engendrer des variations plus ou moins importantes dans la mesure. La caractérisation de matériaux en température est basée sur la déformation d'une onde électromagnétique par un matériau donné. On peut associer la déformation de l'onde, en termes d'amplitude et de phase, à des valeurs de permittivité et de perméabilité. Cependant toute déformation induite par un autre phénomène, tel que la dilatation, sera associée à un changement de permittivité et de perméabilité du matériau sous test.

La mesure en température en guide coaxiaux nous oblige à chauffer l'ensemble de la cellule. Cela a pour effet de modifier potentiellement les caractéristiques physiques ou électriques de tous les matériaux composants la cellule. Afin de démontrer que l'échauffement de la cellule ne génère pas de dilatation sur celle-ci on peut calculer son allongement par rapport à un delta de température :

On sait que l'allongement pour un matériau isotrope est donné par :

$$\Delta L = \alpha * L_0 * (T - T_0) \quad (\text{III-1})$$

Avec α le coefficient de dilatation linéaire d'un matériau. T_0 , la température initiale et L_0 la longueur initiale.

Dans notre cas, la cellule est composée majoritairement de téflon. Seules 2 parois fines de téflon de 2mm sont utilisées. Etant données les faibles dimensions de ces parois nous avons considéré seulement la dilatation du laiton. Cela nous donne pour le laiton : $\alpha = 18.5e^{-6}$, $L_0 = 150mm$ (longueur totale de la cellule) et $T_0 = 20^\circ C$. On obtient ainsi à $85^\circ C$: $\Delta L = 0.18mm$.

Cette valeur reste donc très faible comparée à un échantillon de 12mm environ. Nous avons considéré cela comme négligeable. En revanche afin de le vérifier en mesure nous avons réalisés des mesures sans échantillon (Echantillon vide) entre $30^\circ C$ et $80^\circ C$

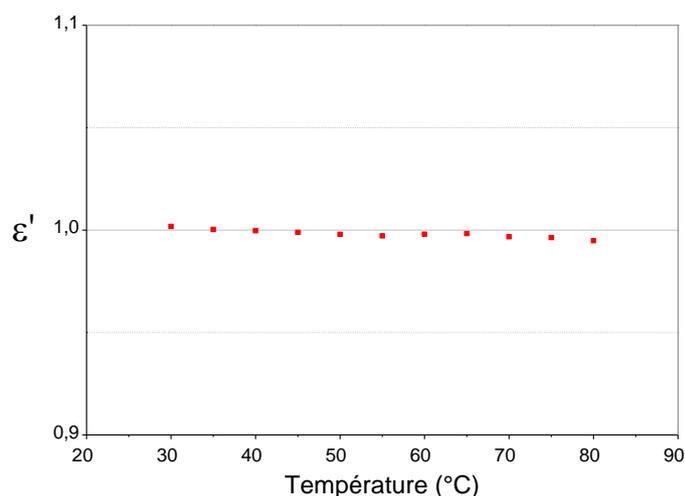


Figure 47 Partie réelle de la permittivité d'un échantillon d'air entre $30^\circ C$ et $80^\circ C$ à 1GHz

D'après la littérature, la partie réelle de la permittivité de l'air est d'environ 1 [67] et peut être considérée comme constante en fonction de la température, ce résultat montre que la montée en température impacte très peu la mesure de permittivité. La variation de permittivité que l'on observe est due ici à la dilatation de la cellule mais reste négligeable comparée à la valeur mesurée.

- Homogénéité de la température

La bague chauffante permettant la montée en température de l'échantillon avant une mesure est positionnée autour du porte échantillon en métal. Cette configuration (**Figure 48**) permet un chauffage homogène dans l'échantillon au cours du temps.

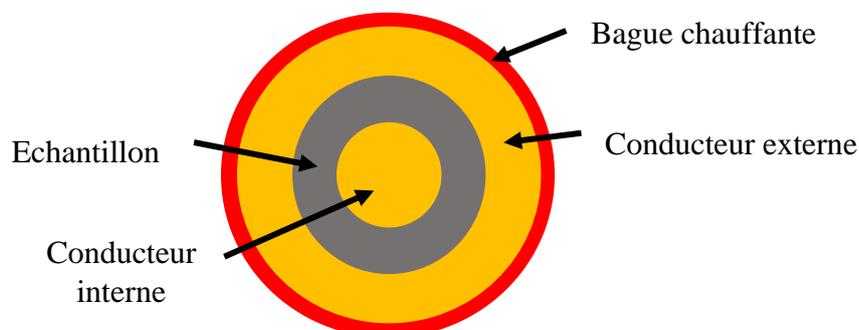


Figure 48 : Représentation en coupe latérale d'un porte échantillon. La partie rouge correspond à la bague chauffante, les parties dorées représentent les zones métalliques de la cellule et la partie grise, l'échantillon.

Cependant le capteur de température est positionné entre la bague chauffante et le porte échantillon. La valeur de température mesurée par le boîtier de thermorégulation ne permet donc pas de connaître la température exacte de l'échantillon. Lors d'une mesure si la température mesurée est prise en compte afin d'effectuer une mesure de permittivité à la température voulue, la température au sein de l'échantillon risque de ne pas être homogène (voir **Figure 49** phase de chauffage). De même si on laisse refroidir l'échantillon et que l'on se fie à la mesure de la sonde pour mesurer la permittivité, la température ne sera sûrement pas homogène (voir **Figure 49** phase de refroidissement).



Figure 49 Représentation de la température au cœur du porte échantillon pendant un cycle de chauffage et de refroidissement

Dans un cas de chauffage, la température la plus élevée est celle de la bague chauffage et celle-ci se propage donc de la bague jusqu'au sein de l'échantillon. Cependant la propagation de la chaleur dépend des propriétés thermiques du matériau étudié et influence ainsi sur le temps qu'il faudra pour que l'échantillon au complet soit à la même température que la bague.

Au contraire lors d'une phase de refroidissement, l'âme du porte échantillon est à la température la plus élevée et au fur et à mesure du temps la température de l'échantillon se refroidit jusqu'à ce que l'âme soit à la même température que la bague chauffante. Comme pour la phase de chauffage, cette étape prend du temps et dépend des propriétés thermiques du matériau sous test.

Afin de visualiser expérimentalement ces deux effets nous avons réalisé des mesures de permittivité en température lors d'une phase de chauffage et de refroidissement en tenant compte de la mesure de la sonde en température (voir **Figure 50**). Cette mesure a été effectuée entre 25°C et 70°C sur une plage de fréquence de 50MHz à 2GHz avec un échantillon d'octanol. L'octanol est un alcool très connu et étudié dans la littérature. De plus, il a la particularité d'avoir une réponse très caractéristique de sa permittivité en fonction de la température [68], [69].

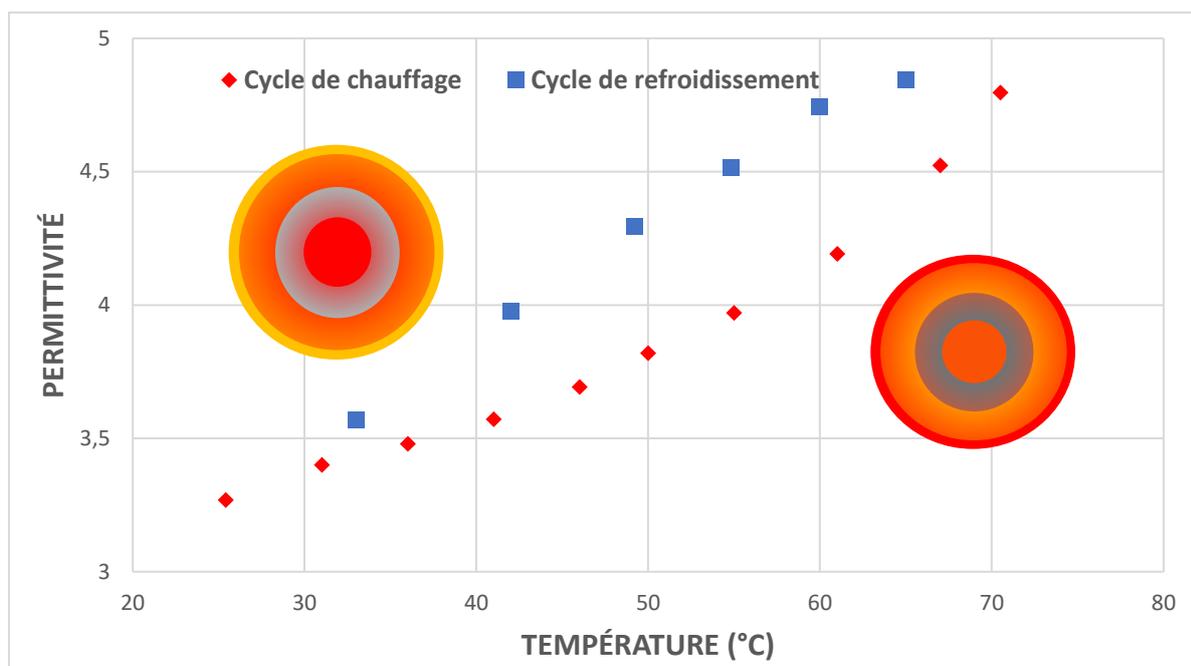


Figure 50 Partie réelle de la permittivité de l'octanol en fonction de la température à 1GHz lors d'une phase de chauffage (Courbe rouge) et de refroidissement (Courbe bleu)

La mesure (voir **Figure 50**) montre que les valeurs mesurées de la permittivité à une température donnée, dans une phase de chauffage ou de refroidissement ne correspondent pas. Cette différence valide bien le fait que la température au sein de l'échantillon est différente de celle mesurée. De plus elle insiste sur le fait que le temps durant lequel l'échantillon monte en température est important. Afin visualiser le temps nécessaire à l'homogénéisation d'un échantillon en température nous avons refait des mesures de permittivité au cours du temps sur un alcool (voir **Figure 51**).

L'objectif était de définir une consigne de température (35°C dans le cas de la mesure) et regarder le temps de stabilisation de la permittivité. La valeur de permittivité obtenue après ce temps sera celle de la consigne appliquée et le temps attendu que l'on appelle *Délai de Stabilisation* (*DOS : Delay of Stabilization*) sera le temps à attendre pour chaque même palier de température.

Au départ l'échantillon était gardé à une température de 30°C dans la cellule. On observe donc sur la courbe (**Figure 51**) qu'il faut un *DOS* d'environ 700s pour un palier de 5°C afin d'être sûr de la valeur de permittivité. De plus nous avons comparé la valeur de saturation au bout du *DOS* à une valeur de référence nous permettant de confirmer la mesure.

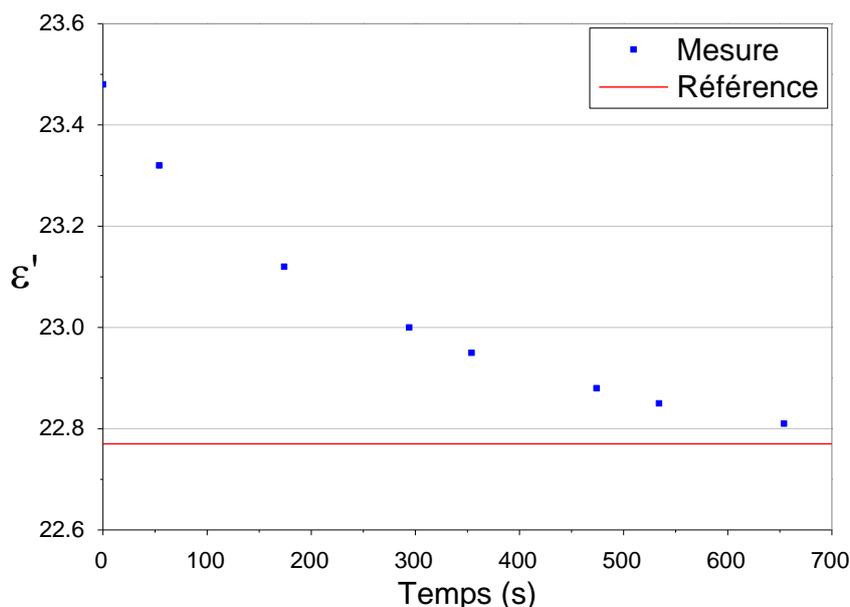


Figure 51 Partie réelle de la permittivité de l'éthanol à 100MHz en fonction du temps. A $t=0s$ la température est à $30^{\circ}C$ (mesure donnée par le capteur) avec une consigne à $35^{\circ}C$. La courbe rouge correspond à une valeur de référence à $35^{\circ}C$ pour l'éthanol [70].

Dans le cas d'un alcool ou plus généralement d'un liquide où l'on observe des variations assez importantes de la permittivité en fonction de la température, il est facile de déterminer ce DOS de la même manière qu'avec l'éthanol. En revanche pour les matériaux solides ou poreux, qui n'ont que très peu de variations de permittivité en fonction de la température, ce délai reste compliqué à obtenir.

Afin de continuer à toujours considérer la bonne homogénéisation de la température dans un échantillon quel qu'il soit, nous avons défini un DOS générique dans le cas où il est difficile de le déterminer. Généralement nous utilisons $DOS = 700s$. Sachant que ce temps n'est pris en compte qu'une fois que la température du capteur du banc de mesure affiche la bonne valeur de température ciblée.

- Température maximale de mesure.

Même si la montée en température de la cellule n'influe pas sur la mesure électromagnétique, des températures trop élevées pourraient endommager la cellule dans son ensemble.

Étant donné le transfert thermique important lors d'un chauffage contrôlé (voir **Figure 45**) il est possible d'atteindre, au niveau des extrémités de la cellule, des températures de l'ordre de celle de l'échantillon. En effet seul le temps de chauffage de l'échantillon peut éviter la montée en température de tout le reste de la cellule. Cependant pour une homogénéité en température de l'échantillon, il est nécessaire de chauffer la cellule pendant un certain temps. Cette condition nous a amené à considérer que lors d'une mesure de permittivité et de perméabilité d'un échantillon, la température des extrémités de la cellule était quasiment égale à celle imposée par la bague chauffante. De plus, au bout de la cellule, nous avons positionné des connecteurs coaxiaux spécifiques de type N de façon à assurer une connexion entre la cellule et les câbles de mesure de l'analyseur de réseau.

Ces connecteurs (**Figure 52**) sont vendus pour fonctionner à des températures de moins de 85°C. De ce fait, la température maximale d'utilisation du banc de mesure a été fixée à 85°C.

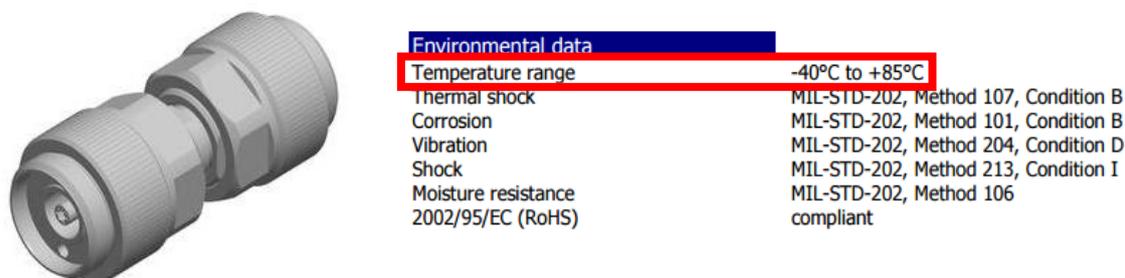


Figure 52 Connecteur Rosenberger 07P121-P00S3

c. Ières mesures en température

Grâce à la définition de ces contraintes nous avons pu commencer à réaliser des mesures afin de valider le banc de mesure et tester celui-ci avec des matériaux moins connus pour des applications diverses.

VALIDATION SUR DES LIQUIDES

Dans le cadre de la validation du banc de mesure en température, nous avons réalisé des premières mesures sur des matériaux bien connus et souvent étudiés dans la littérature [68], [69], [71]. Ces matériaux sont des liquides et plus précisément des alcools qui concernant leur permittivité ont la particularité d'avoir un phénomène de relaxation à certaines fréquences. De plus, les alcools sont des matériaux purement diélectriques, leur perméabilité est donc réelle et égale à 1 ce qui nous permet de consolider le résultat obtenu.

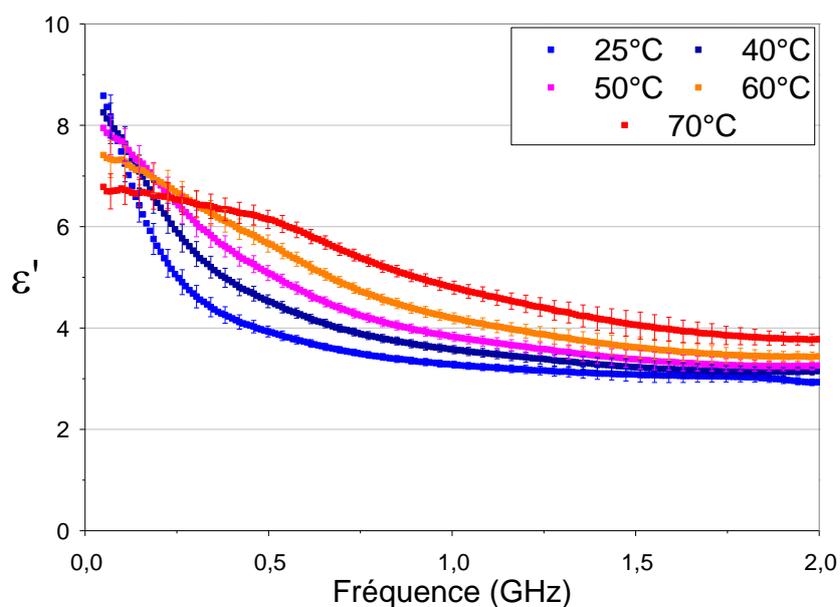


Figure 53 Partie réelle de la permittivité de l'octanol en fonction de la fréquence à plusieurs valeurs de températures

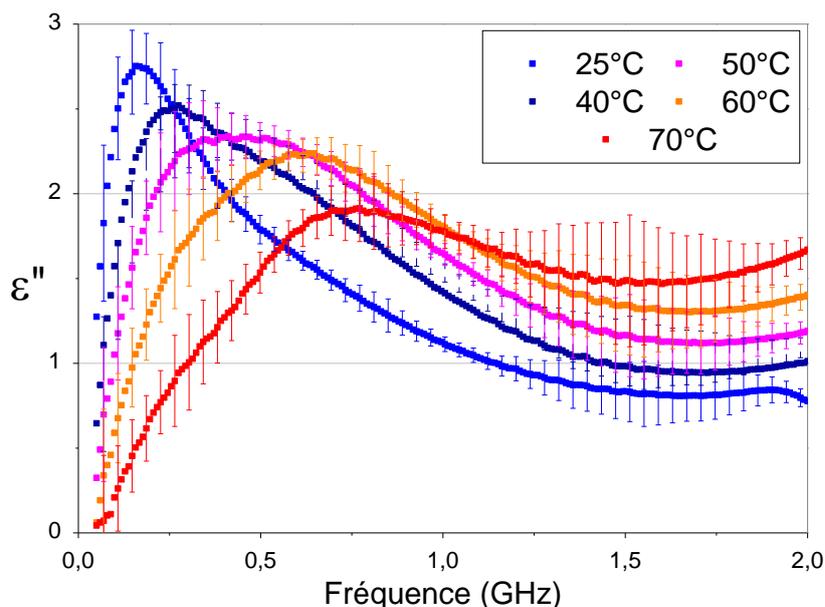


Figure 54 Partie Imaginaire de la permittivité de l’octanol en fonction de la fréquence à diverses valeurs de température.

Plusieurs alcools ont été testés, dont le premier est l’octanol. On peut observer sur la **Figure 53** et la **Figure 54** la dépendance en fréquence de cet alcool combinée à une dépendance en température. Cette mesure a été réalisée dans un échantillon de 24mm pour des fréquences allant de 10MHz à 2GHz pour une température allant de 22°C à 70°C.

L’incertitude de ces mesures présentée sur chaque figure a été calculée en utilisant le modèle d’erreur présenté dans le chapitre 2. Sachant que ces mesures ont été faites dans les mêmes conditions et sans démonter le système de mesure, les erreurs observées sont quasi constantes et seulement dépendantes des valeurs des paramètres S mesurés. Le fait de remplir le porte échantillon d’un liquide permet de limiter les erreurs de « *de-embedding* » puisqu’il ne requiert pas de mesurer la taille de l’échantillon. La variation de permittivité obtenue est plus importante que les erreurs associées et valident donc bien les mesures en température. De plus on observe que l’incertitude sur la partie imaginaire est beaucoup plus importante que celle sur la partie réelle. Ceci vient du fait que le calcul de l’erreur des deux parties, réelle et imaginaire, sont liées et donc que la mesure d’une partie réelle de permittivité importante peut générer une forte erreur sur la partie imaginaire.

On remarque sur la partie imaginaire de la mesure un maximum local qui dépend fortement de la température. On peut tout d’abord relier ce maximum à la pente de la courbe de la partie réelle. En effet plus la température est élevée et plus le maximum est haut en fréquence donc plus la pente de la partie réelle diminue.

Ce phénomène est lié à un principe physique, la relaxation diélectrique. Cela peut s’observer sur des liquides tels que l’eau ou les alcools. La théorie la plus proche de ce phénomène a été écrite par Debye [72]. On peut ainsi modéliser la permittivité du liquide par la relation :

$$\varepsilon^* - \varepsilon_\infty = \frac{\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty}{1 + i\omega\tau} \quad (\text{III-2})$$

Où on en déduit ε' et ε'' en fonction de la fréquence :

$$\varepsilon' = \frac{\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty}{1 + (\omega\tau)^2} + \varepsilon_\infty \quad \text{et} \quad \varepsilon'' = \frac{\varepsilon_0 - \varepsilon_\infty}{1 + (\omega\tau)^2} (\omega\tau) \quad (\text{III-3})$$

ε_0 la permittivité en basse fréquence et ε_∞ la permittivité limite en haute fréquence. τ correspond au temps de relaxation et ω la fréquence angulaire.

A partir des équations, et en utilisant les valeurs de ε' et ε'' obtenues en mesures nous avons pu extrapoler les coefficients τ , ε^∞ et ε^0 de chacune des courbes en température de la mesure (**Tableau 4**).

	ε^0	ε^∞	$\tau(ns)$	$T(^{\circ}C)$
Données	8,86622	3,11178	0.87	25
	8,60809	3,11489	0.71	30
	8,05031	3,11201	0.45	40
	7,42118	3,24472	0.28	50
	6,71283	3,66512	0.19	60
	6,23612	4,08603	0.14	70

Tableau 4 Données du modèle de Debye sur les mesures de permittivité d'un échantillon d'octanol en fonction de la température

La variation observée sur ces différents paramètres en fonction de la température peut être expliquée simplement par des lois bien connus telle que la loi d'Arrhenius [73]. Cette loi décrit le comportement de la vitesse d'une réaction chimique en fonction de la température. Dans le cas de la relaxation diélectrique, une modification de la température peut permettre à un dipôle du matériau de franchir une barrière de potentiel pour atteindre une position plus stable [72]. Le temps de relaxation s'écrit alors :

$$\tau(T) = \tau_0 * e^{\frac{E}{RT}} \quad (\text{III-4})$$

Où E représente l'énergie d'activation d'Arrhenius [73], R la constante des gaz parfaits et τ_0 est une constante pré-exponentielle à déterminer.

Ceci met ici en évidence le comportement des dipôles électriques au cours d'une variation de température. Tout d'abord on peut considérer que le fait de refroidir un liquide permet de refroidir les dipôles de l'échantillon mesurés et donc d'augmenter le temps de relaxation. Au contraire le fait de réchauffer diminue le temps de relaxation.

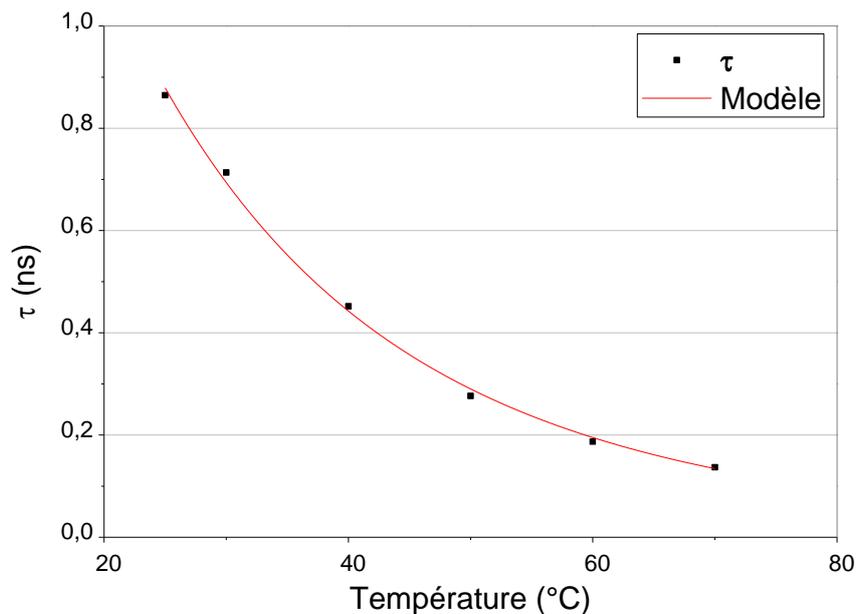


Figure 55 Temps de relaxation de l'octanol en fonction de la température. La loi d'Arrhenius est représentée par la courbe rouge.

Dans la **Figure 55** nous avons affiché la valeur du temps de relaxation obtenu dans les modèles de Debye en fonction de la température. La courbe rouge correspond à une solution de l'équation (III-2) en considérant τ_0 et E/R comme des données indépendantes de la température (voir **Tableau 5**).

	τ_0 (s)	E (kj.mol ⁻¹)
Données	5.27e-16	35.51

Tableau 5 Données obtenues par correspondance d'un modèle d'équation d'Arrhenius aux mesures de permittivité de l'octanol en température

Cette correspondance entre la mesure et le modèle d'Arrhenius conforte sur les bons résultats de la mesure. Les résultats ont ensuite été comparés à des mesures réalisées dans un laboratoire à lyon (CETIAT). Ces résultats (**Figure 56**) ont été obtenus à l'aide d'une cellule capacitive [16] :

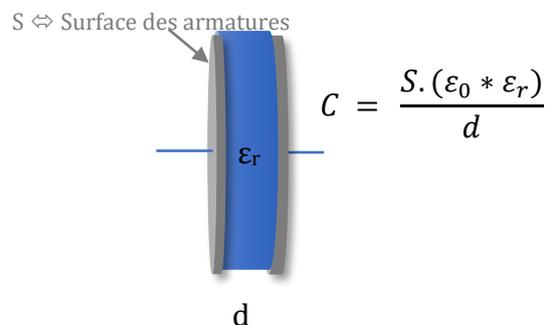
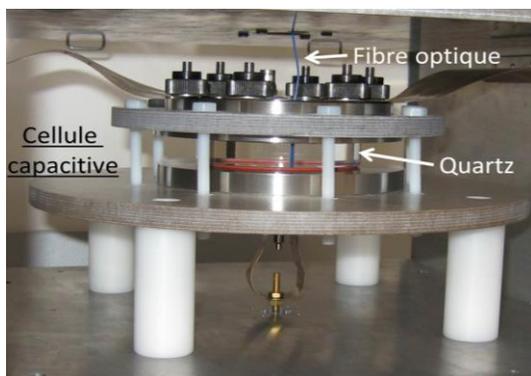


Figure 56 Cellule capacitive réalisée par le CETIAT et son principe de mesure

Pour ces comparaisons de mesures, la plage de fréquence de la cellule capacitive était 1MHz-15MHz et celle de la cellule coaxiale, 10MHz-2GHz. On observe pour les deux techniques de mesure une différence de valeurs de permittivité (voir **Figure 57**). En considérant une erreur d'environ 10% sur la technique de mesure coaxiale ce décalage peut être négligé. En revanche, il est très probable que les deux techniques de mesure ne donnent jamais les mêmes valeurs de permittivité. En effet la technique de mesure en cellule capacitive est explicitement faite pour des mesures très basses fréquences (de l'ordre du kHz). Au contraire de la cellule coaxiale qui est faite pour fonctionner entre une centaine de MHz et le GHz.

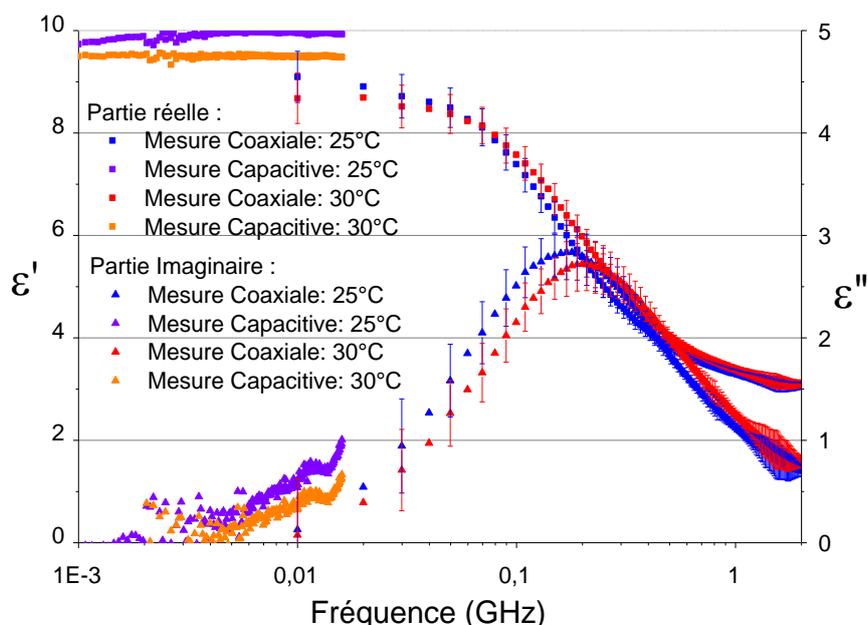


Figure 57 Comparaison de mesure de permittivité de l'octanol entre une mesure en cellule capacitive et une mesure en ligne coaxiale

La cellule coaxiale permettant une mesure en transmission/réflexion et donnant accès à une mesure de perméabilité, il est possible de vérifier des mesures de matériaux diélectriques comme l'octanol en vérifiant le côté non magnétique de ce matériau (**Figure 58**). Non seulement la mesure obtenue conforte le fait que la mesure de perméabilité est correcte puisque la partie réelle de la perméabilité est bien environ égale à 1. De plus la stabilité de la perméabilité en température valide également le comportement thermique de notre système de mesure. En effet un matériau non magnétique à 20°C restera non magnétique à 70°C.

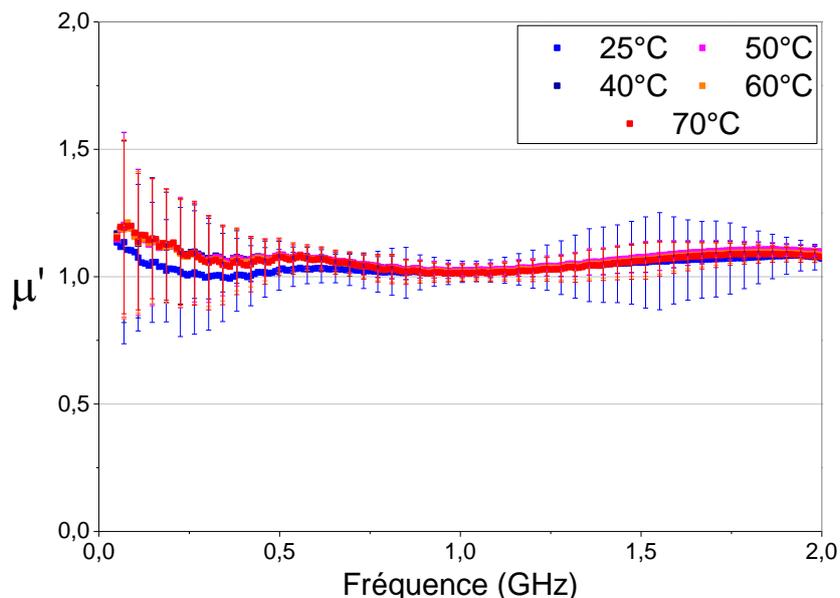


Figure 58 Partie réelle de la perméabilité de l’octanol en fonction de la fréquence à différentes valeurs de température.

D’autres mesures de permittivité et de perméabilité ont été réalisées sur différents alcools, comme l’éthanol (**Figure 59**) ou encore le cyclohexanol (**Figure 60**). Dans une optique de simplification, seule la permittivité est affichée.

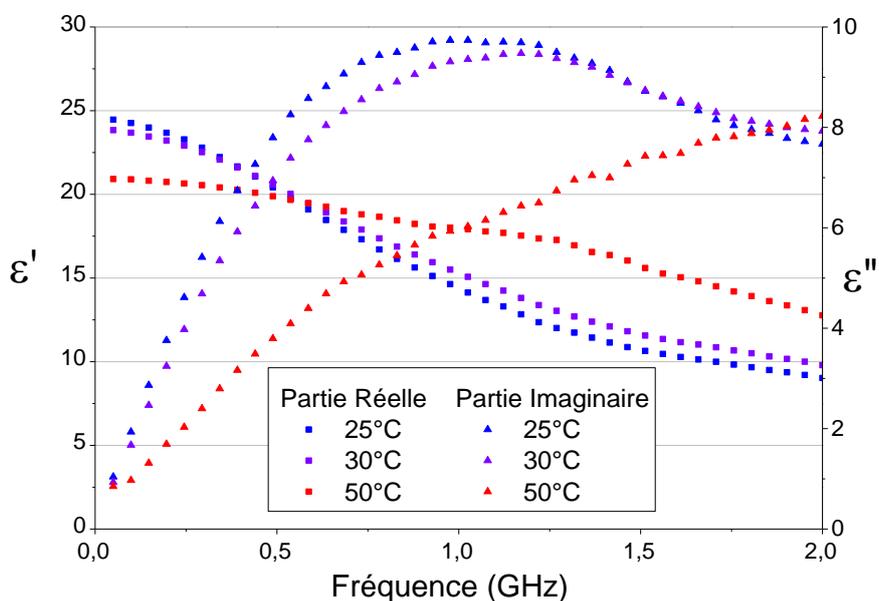


Figure 59 Parties réelle et imaginaire de la permittivité de l’éthanol en fonction de la fréquence à 25, 30 et 50°C.

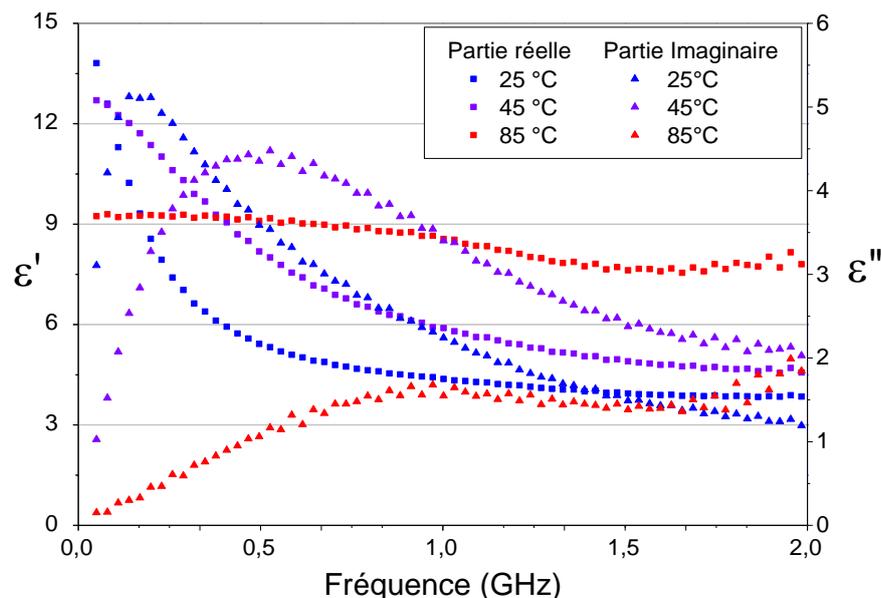


Figure 60 Parties réelle et imaginaire de la permittivité du Cyclohexanol en fonction de la fréquence à 25, 45 et 85°C.

Pour chacun des alcools étudiés le résultat était le même en fonction de la température. La partie réelle de la permittivité diminue et le temps de relaxation également comme on peut l'observer dans la littérature.

Ces différentes mesures réalisées sur des alcools nous ont permis de valider les mesures en température et ainsi de commencer à utiliser le banc de mesure pour des mesures concrètes. Dans le cadre de collaboration avec différents laboratoires nous avons été amenés à étudier différents types de matériaux. Que ce soient des poudres, des solides ou des liquides le banc de mesure nous a permis de les caractériser en fonction de la température.

APPLICATION A DES MELANGES

La première application du banc de mesure a été l'étude du taux d'humidité dans des matériaux poreux tels que les argiles. En effet, le pourcentage d'eau dans un matériau peut avoir un impact important sur la permittivité. Dans le domaine hyperfréquence, la permittivité de l'eau est comprise entre 75 et 80 en dessous de 1GHz [74], [75].

De ce fait, une infime quantité d'eau dans un matériau donné peut considérablement modifier ses propriétés diélectriques. La propriété magnétique n'est pas altérée du fait de l'aspect simplement diélectrique de l'eau.

L'étude de la quantité d'eau dans un matériau ou autrement appelée étude d'humidité, possède diverses applications telle que le GPR (Ground Penetration Radar) [76]. De plus, la dépendance de la permittivité diélectrique de l'eau en fonction de la température a été très étudiée dans la littérature [74], [77]. Surtout pour des applications comme le GPR ou l'objectif est de réaliser une cartographie d'un sol, il est important de bien maîtriser l'impact de l'eau sur les matériaux et surtout sa dépendance en température et en fréquence. Afin de vérifier cette dépendance nous avons également refait des mesures sur de l'eau distillée (voir **Figure 61**) :

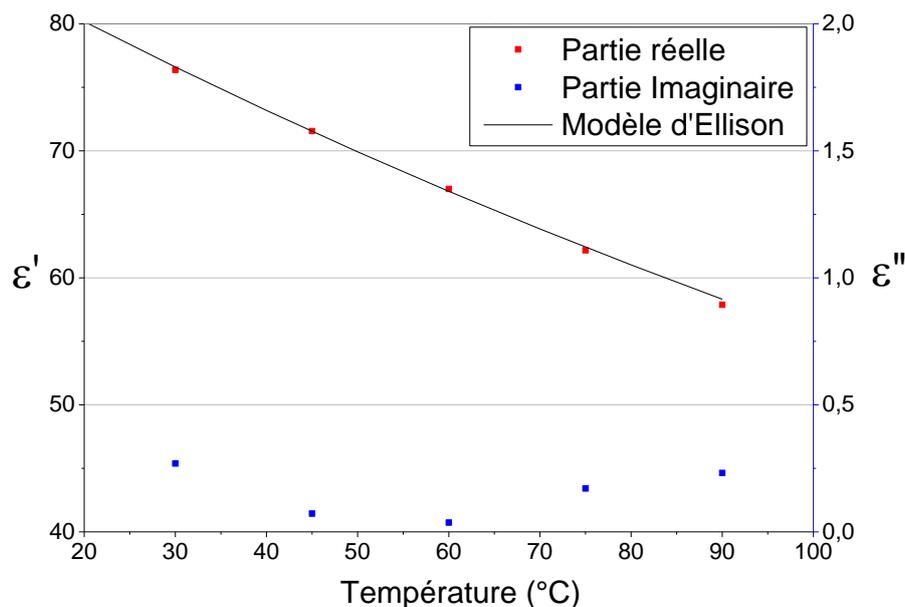


Figure 61 Permittivité réelle et imaginaire de l'eau distillée en fonction de la température à 300MHz. La partie réelle est comparée au modèle d'Ellison [78].

En général les sols ont des températures variables au fur et fur et mesure des saisons. Ceci pose des problématiques lors des mesures de GPR. Il devient donc d'autant plus important d'étudier la corrélation de la permittivité avec la température pour différents taux d'humidité de ces sols. Dans le cadre d'une collaboration avec un laboratoire polonais nous avons décidé de réaliser des mesures de permittivité sur un échantillon de sol simple composé d'une argile connue, la kaolinite. Nous avons également étudié des mélanges plus complexes en composé d'eau et de kaolinite.

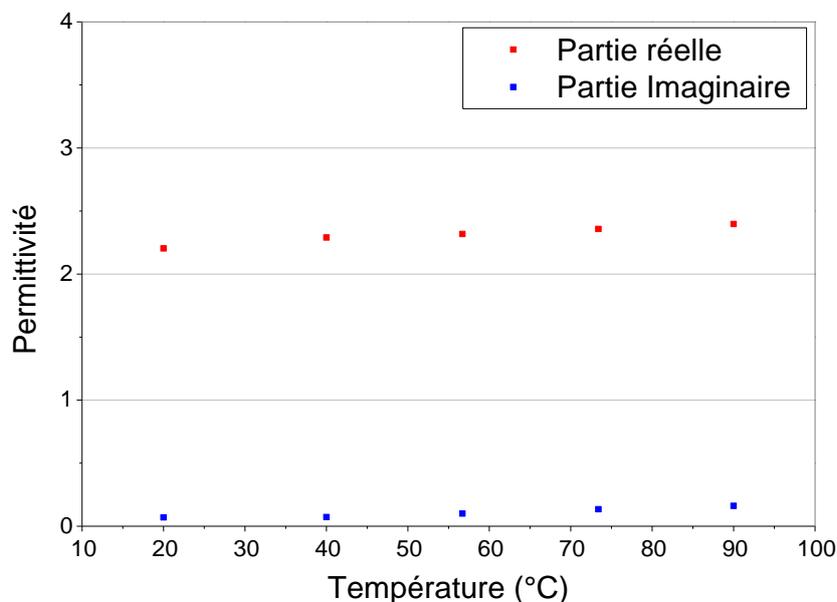


Figure 62 Permittivité réelle et imaginaire de la kaolinite en fonction de la température à 300MHz

Pour commencer, nous avons étudié l'argile aussi sec que possible afin d'observer les dépendances en températures de la permittivité sans présence d'eau. L'échantillon a été séché grâce à un dessiccateur à 160°C jusqu'à évaporation complète de l'eau. Ces mesures sont faites sur la kaolinite entre 20°C et 90°C à 300MHz (voir **Figure 62**). L'échantillon de kaolinite a été réalisé avec une densité de 0.29g/cm³. La mesure montre que la kaolinite est un matériau sans perte et possédant une très faible dépendance en température et en fréquence. Cependant ceci est observé sans aucune présence d'eau dans le matériau. Dans un cas pratique un sol est constitué souvent d'argile mais également d'eau pouvant impacter ses propriétés.

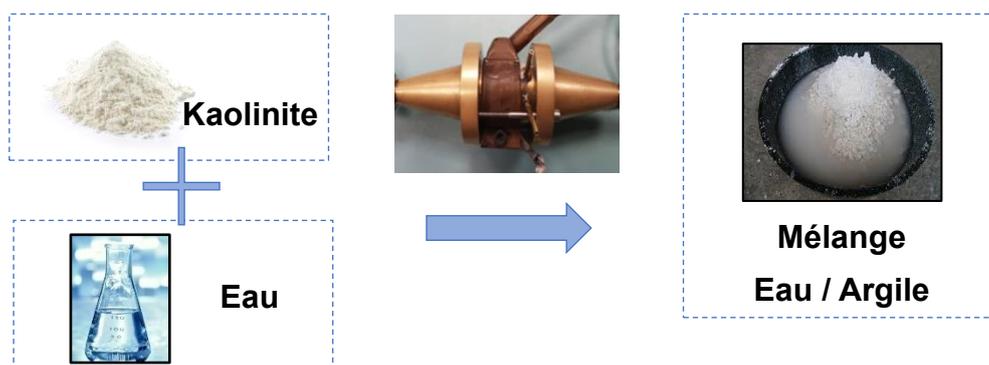


Figure 63 Schéma d'une mesure d'argile humide

Afin d'observer le comportement de l'eau sur la propriété diélectrique d'un matériau argileux, nous avons réalisés une série de mesures (**Figure 63**). Le principe est de constituer une série d'échantillons avec différents taux d'humidité et de réaliser ensuite des mesures de permittivité en fonction de la température. Nous avons procédé à la réalisation de 4 échantillons différents, un de 10% d'humidité, un de 15%, un de 20% et un de 25% (Pourcentages massiques). Le volume de l'échantillon est le même pour tous (Porte échantillon de 24mm). Afin d'observer seulement la variation de permittivité en température nous avons fixé la fréquence de travail à 300MHz comme avec les précédentes mesures (voir **Figure 64**) :

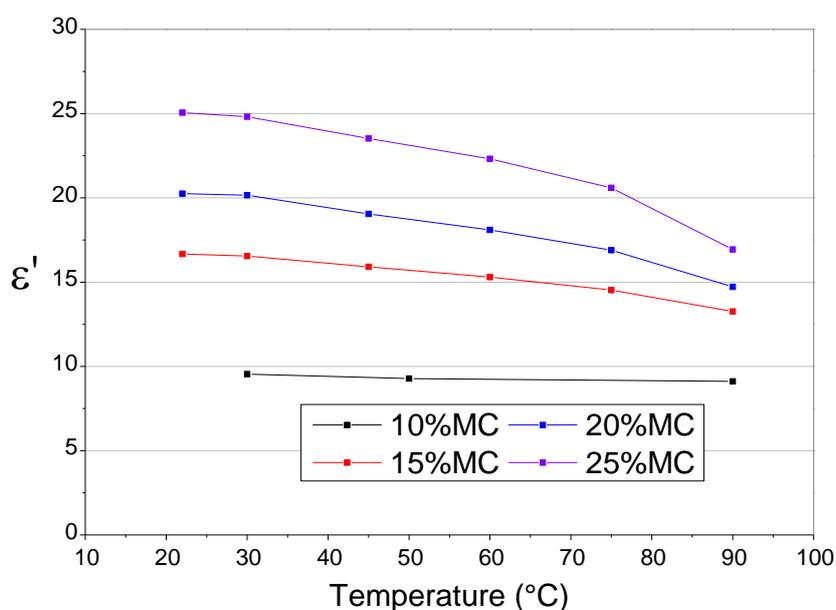


Figure 64 Partie réelle de la permittivité d'un mélange eau/kaolinite en fonction de la température à 300MHz

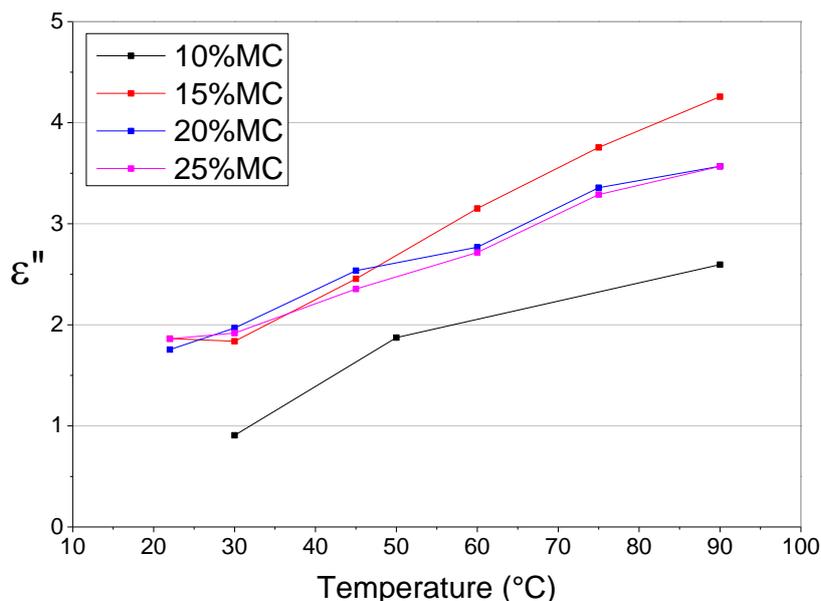


Figure 65 Partie imaginaire de la permittivité d'un mélange eau/kaolinite en fonction de la température à 300MHz

Les variations observées sont spécifiques à cette valeur de fréquence et peuvent donc être différentes à plus hautes fréquences en fonction de la composition du matériau. L'expérience montre que l'ajout d'eau dans la kaolinite engendre une augmentation de la permittivité mesurée du mélange. De plus la dépendance en température est de plus en plus ressemblante à celle de l'eau. Ceci est cohérent au fait que plus on rajoute de l'eau et plus le mélange tend à ressembler à de l'eau pure. Un autre phénomène intéressant est l'apparition d'une partie imaginaire dans le matériau mélange. Celle-ci résulte certainement du mélange entre les molécules de kaolinites et les molécules d'eau (eau libre, eau liée).

Ces résultats montrent l'importance de la caractérisation des matériaux composant le sol en fonction de la température. En effet le taux d'humidité dans le sol peut générer de fortes perturbations sur des mesures diélectriques en fonction de la température alors même que les matériaux primaires (kaolinite) sont indépendants de la température.

d. Mesure sur des matériaux magnéto-diélectrique

Les matériaux constitutifs des antennes ou des absorbants positionnés sur les radomes dans les avions sont très souvent des mélanges de fer-carbonyl et de silicone. Ces matériaux sont absorbants et magnéto-diélectrique. La caractérisation de ceux-ci est très importante puisqu'un changement de leurs propriétés, permittivité ou perméabilité, engendrerait une variation des caractéristiques de rayonnement (diagrammes de rayonnement, gain, polarisation croisée etc..).

Afin d'étudier les variations des propriétés électromagnétiques de ces absorbants, nous avons choisi un matériau du même type utilisé en particulier dans des chambres anéchoïques : l'APU10, SIEPEL.

Grâce à notre banc de mesure nous pouvons caractériser ce matériau entre 25°C et 85°C en termes de permittivité et de perméabilité. Nous avons donc réalisé une série de mesures jusqu'à 85°C entre 50MHz et 6GHz (**Figure 66**, **Figure 67**, **Figure 68** et **Figure 69**).

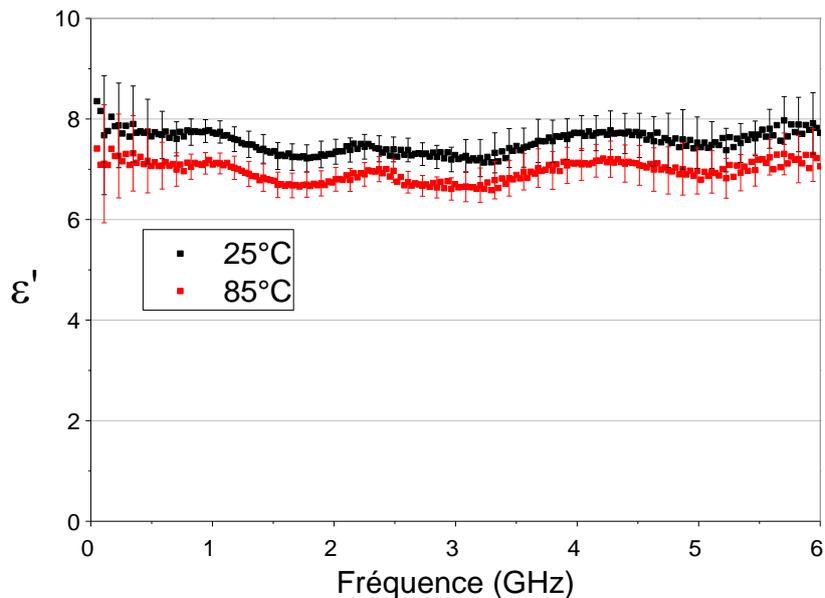


Figure 66 Partie réelle de la permittivité de l'APU10 à 25°C (Courbe noire) et 85°C (Courbe rouge).

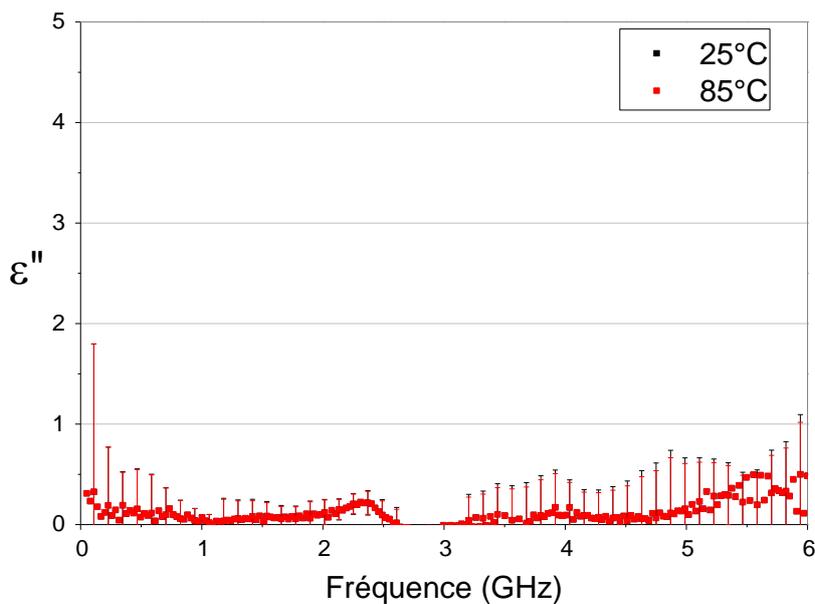


Figure 67 Partie imaginaire de la permittivité de l'APU10 à 25°C (Courbe noire) et 85°C (Courbe rouge).

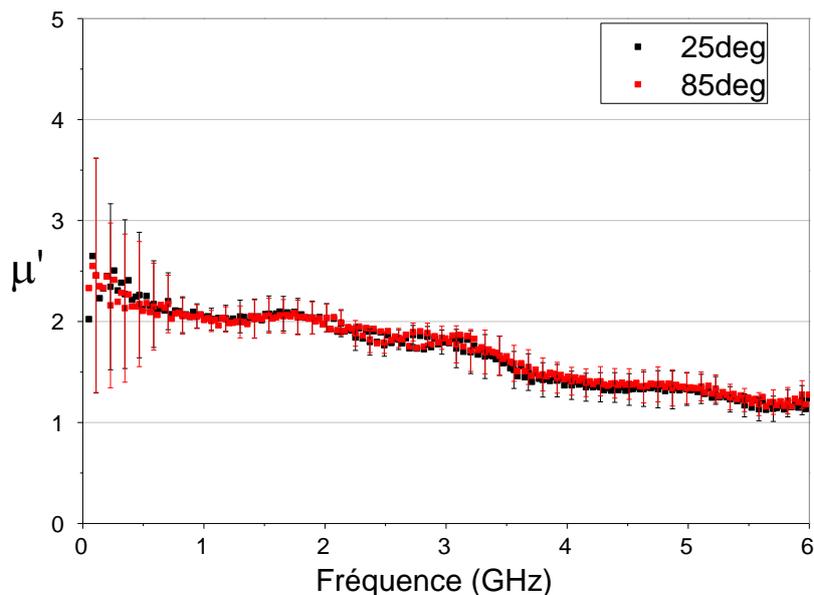


Figure 68 Partie réelle de la perméabilité de l'APU10 à 25°C (Courbe noire) et 85°C (Courbe rouge).

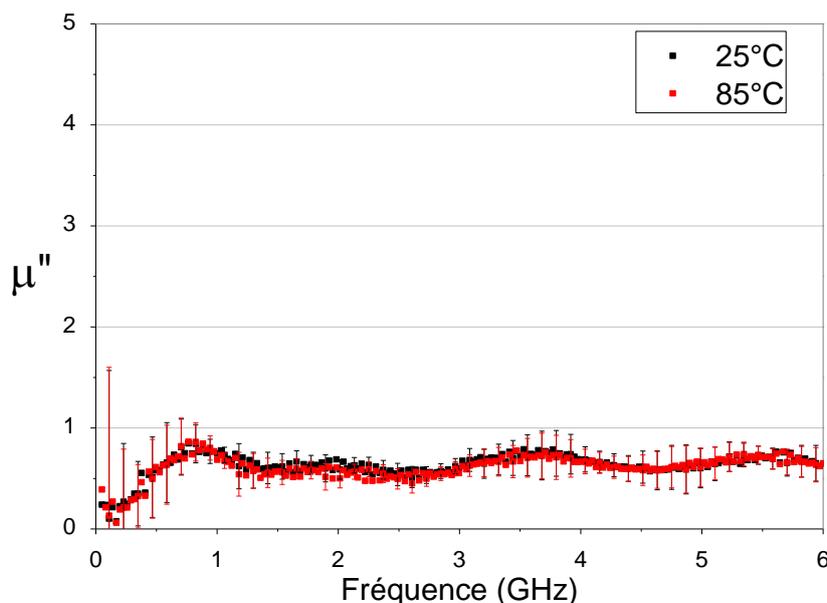


Figure 69 Partie imaginaire de la perméabilité de l'APU10 à 25°C (Courbe noire) et 85°C (Courbe rouge).

Tout d'abord on observe que la partie réelle de la perméabilité (cf. **Figure 66**) est la plus impactée par la température et qu'elle est stable en fonction de la fonction de la fréquence voire légèrement décroissante. En revanche la partie réelle de la perméabilité **Figure 68** décroît quasi linéairement mais est que peu impactée par la température. Les ondulations observées sur les mesures sont dues à de légères désadaptations dans la cellule de mesure. Pour rappel ce matériau nous a été fourni par la société SIEPEL. Nous n'avons donc aucun élément de comparaison fournis par le constructeur qui nous permettrait de valider les mesures. Cependant nous avons pu comparer celles-ci à des mesures faites sur des matériaux en fer-carbone dans la littérature [79], on remarque que les réponses de perméabilité et de perméabilité obtenues sont en accord.

En effet on remarque bien la tendance de la perméabilité à tendre vers 1 à haute fréquence et une stabilité sur la permittivité.

Concernant la variation des mesures en températures on observe des variations légères entre 25°C et 85°C sur la partie réelle seulement. La première chose qui vient à l'esprit en visualisant ces variations est la dilatation de ce matériau. En effet nous avons montré plus haut dans cette partie, que la dilatation de la cellule était négligeable à ces températures. Dans notre cas l'échantillon est positionné par une lame en téflon d'un côté et maintenu droite par l'âme et la partie externe de la cellule. Ceci empêche l'échantillon de se dilater autrement que dans une seule direction (vers le port 2, voir **Figure 70**).

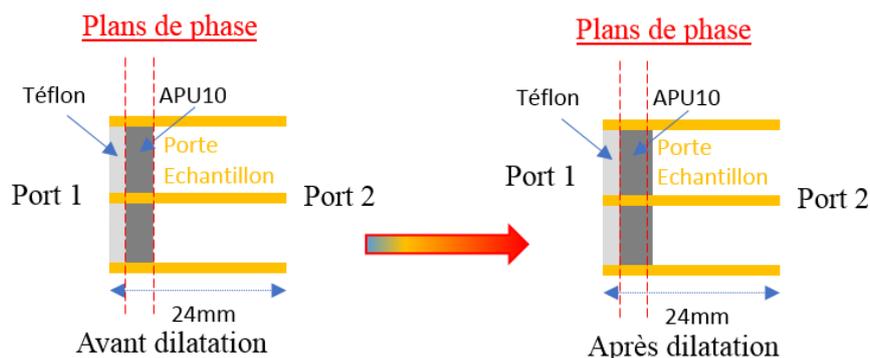


Figure 70 Représentation d'un échantillon d'APU10 dans le porte échantillon de la cellule PE13 avant et après un chauffage.

Si l'échantillon se dilate, cela implique que sa longueur augmente et donc que les plans de phase changent. La méthode de « *de-embedding* » utilisée afin de calculer la matrice S de l'échantillon n'est donc plus correcte puisque les plans de phases choisis ne seront plus au bord de l'échantillon. Ce qui nous intéresse ici est de voir si dans notre calcul l'interface air – échantillon du côté du port 2 est toujours valide après le « *de-embedding* ». Si l'échantillon s'allonge le plan de phase se retrouvera à l'intérieur de l'échantillon (voir **Figure 70**).

Pour vérifier cela, nous avons comparé les phases du S_{22} de l'échantillon à 25°C et à 85°C. Une dilatation du matériau se matérialiserait par une différence de phase et ainsi nous pourrions corriger ce problème en modifiant les longueurs $l1$ et $l2$ correspondant aux longueurs des lignes du côté du port 1 et 2.

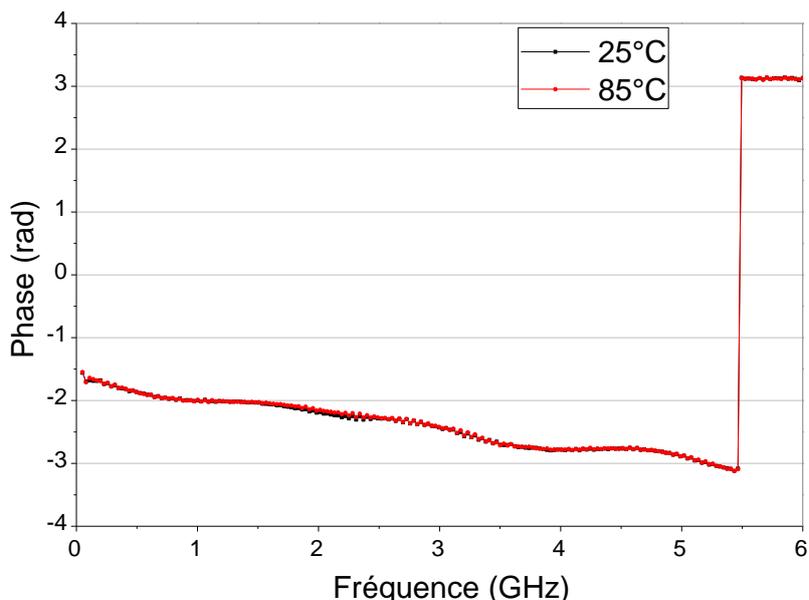


Figure 71 Phase du S22 de l'échantillon mesuré à 25°C et 85°C entre 50MHz et 6GHz

Les mesures obtenues en **Figure 71** montrent que l'écart entre les deux mesures est presque inexistant. Etant donné que la valeur étudiée était le S22, cela veut dire que l'effet de dilatation de l'échantillon est négligeable ou que l'interface Air/APU10 du côté du port 2 ne s'est pas ou très peu déplacée. Le plan de référence choisit à 25°C est donc toujours correct à 85°C. La variation de permittivité mesurée est liée à une variation de la permittivité de l'échantillon.

Afin de comparer les résultats obtenus avec le banc de mesure en température couplé à la cellule 13mm sur l'APU10, nous avons refait les mêmes mesures avec le même échantillon et aux mêmes températures, mais en utilisant la cellule 7mm (**Figure 72** à **Figure 75**).

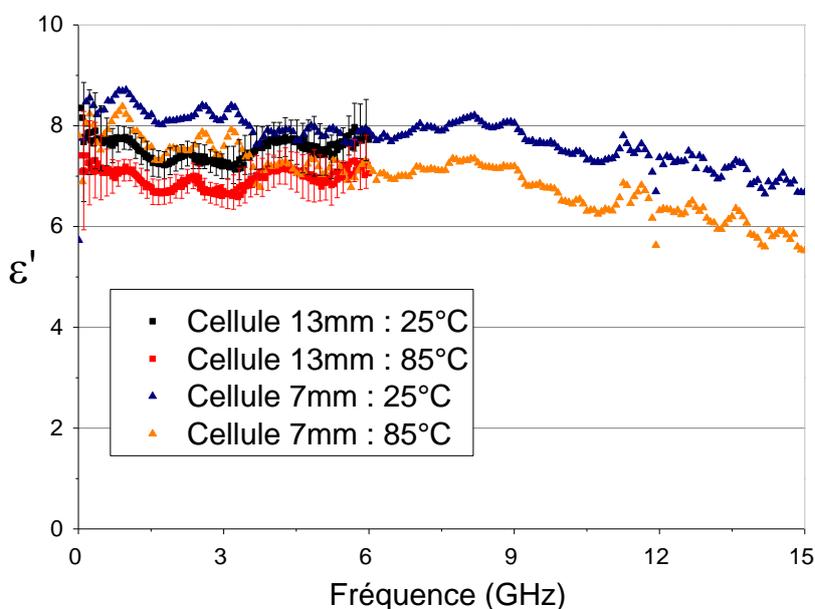


Figure 72 Comparaison de mesure de partie réelle de la permittivité de l'APU10 à 25°C (Courbe noire) et 85°C (Courbe rouge) entre les deux cellules de mesure.

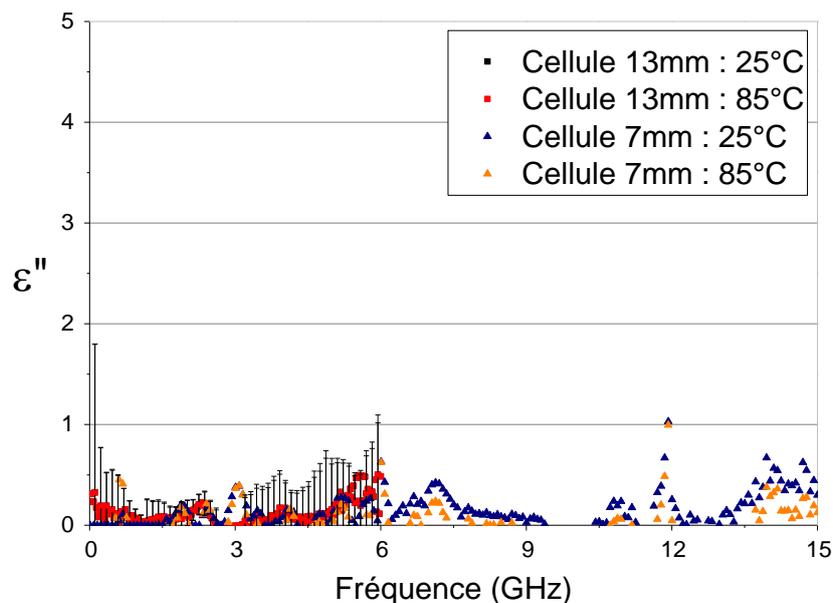


Figure 73 Comparaison de mesure de partie imaginaire de la permittivité de l'APU10 à 25°C (Courbe noire) et 85°C (Courbe rouge) entre les deux cellules de mesure

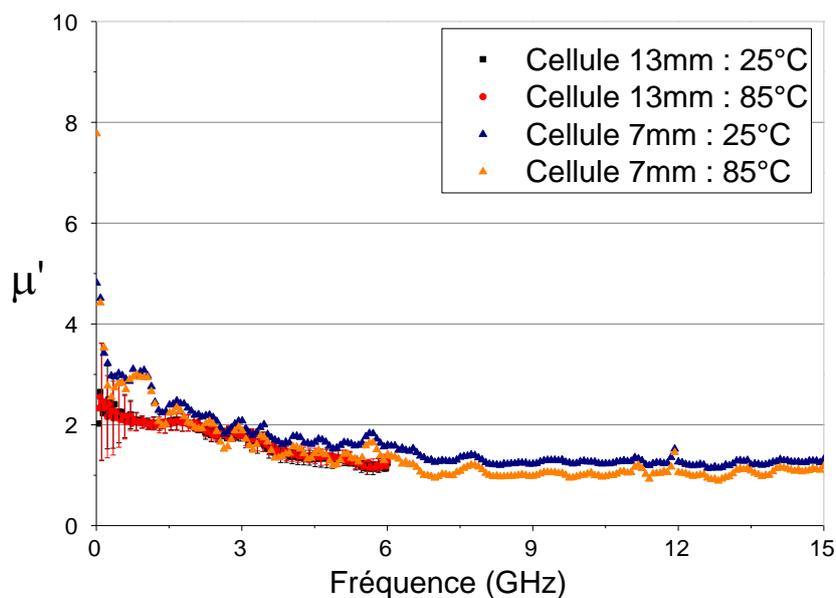


Figure 74 Comparaison de mesure de partie réelle de la perméabilité de l'APU10 à 25°C (Courbe noire) et 85°C (Courbe rouge) entre les deux cellules de mesure

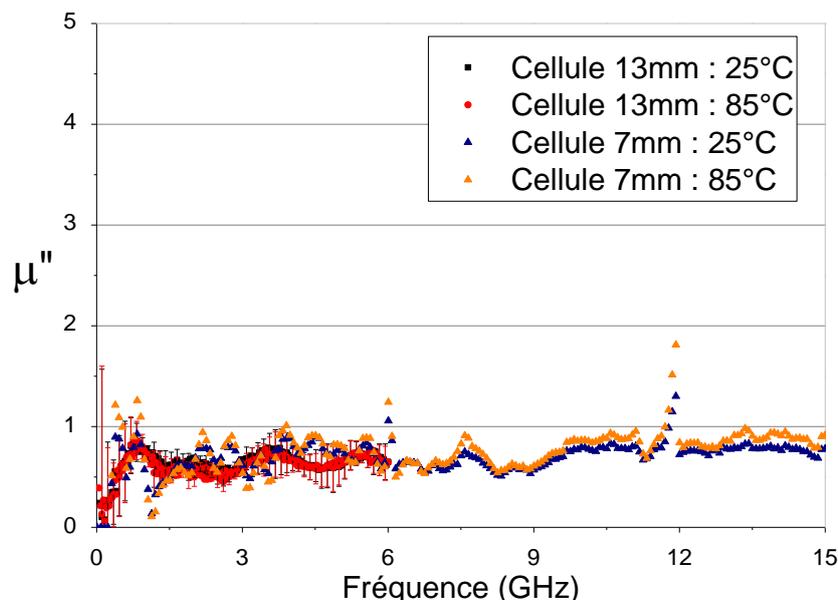


Figure 75 Comparaison de mesure de partie imaginaire de la perméabilité de l'APU10 à 25°C (Courbe noire) et 85°C (Courbe rouge) entre les deux cellules de mesure

Cette double mesure permet de valider d'une part le protocole et d'autre part la mesure elle-même. En effet ces mesures d'inter-comparisons obtenues montrent une bonne concordance entre les deux cellules de mesure. On peut noter une continuité de mesure d'environ $\pm 2\%$ ce qui reste dans la tolérance de la mesure. Dans les deux cas les dispersions en température de l'APU10 sont identiques. Une diminution nette de la partie réelle de la permittivité est observée. Cependant on observe avec la cellule 7mm une légère diminution de la perméabilité qui n'était pas observée avec l'ancien banc de mesure. Cette différence peut s'expliquer par le fait que l'erreur de mesure est plus importante dans le premier banc de mesure en termes de caractérisation électromagnétique. La deuxième cellule possède un design moins complexe et ainsi une meilleure adaptation. La cellule 7mm est donc plus adaptée pour des matériaux solide magnéto-diélectrique comme celui étudié ici.

e. Conclusion et perspectives

Sur la base d'un système de mesure de permittivité et de perméabilité utilisant une cellule coaxiale, nous avons réalisé un prototype permettant de contrôler la température de l'échantillon sous test. Ce système est composé de deux cellules coaxiales de 13 mm et 7 mm de diamètre, permettant l'étude des caractéristiques électromagnétiques d'un échantillon à l'aide d'un analyseur de réseau. Ces cellules sont associées à une bague de chauffage métallique, une sonde thermique et un régulateur PID. Le système de thermorégulation est adaptable sur les deux cellules de mesure et permet une mesure rapide d'un échantillon en fonction de la température. La simplicité de mise en œuvre et d'utilisation du système nous a permis d'étudier différents matériaux dans des conditions différentes d'utilisation et pour différentes applications.

Au cours de la thèse, le protocole de mesure a été précisément défini en listant les différentes problématiques de mesure en température, telles que l'homogénéité de la température de l'échantillon ou l'effet de dilatation. En revanche une problématique dominante a été soulignée, la tenue en température des connecteurs de mesure. Cette dernière a fixé la limite maximale d'utilisation en température du banc de mesure, 85°C. De 25°C à 85°C, le banc de mesure

moyenne température a pu être validé en termes de mesure de permittivité et de perméabilité grâce à notamment des mesures sur des liquides tels que l'octanol à travers des comparaisons avec la littérature et des mesures faites dans un autre laboratoire.

À la suite de cette validation, nous avons testé le banc de mesure sur des applications différentes telles que le GPR avec des mesures sur des mélanges argileux en étudiant l'impact de la teneur en eau sur les mesures de permittivité en fonction de la température et de la fréquence. Nous avons également étudié un matériau (APU10) similaire à ceux utilisés pour les revêtements avions (absorbants). Ces derniers résultats ont d'ailleurs montré la légère modification des propriétés électromagnétiques de ce type de matériau avec des fortes variations de température (25°C à 85°C).

Finalement, l'utilisation de ce nouveau système de caractérisation électromagnétique de matériaux en température permet l'étude de tous les types de matériaux (poudre, solide, liquide etc...) entre quelques dizaines de Mhz et 10GHz entre 25°C et 85°C. Concernant les matériaux solides la fréquence maximale peut être fixée à 20GHz à l'aide de la cellule 7mm.

Ce système de thermorégulation reste un ensemble complémentaire aux cellules coaxiales de mesure 7 et 13mm avec une mise en œuvre relativement simple. Ceci le rend donc potentiellement utilisable par d'autres utilisateurs de ces cellules. Aujourd'hui, il n'existe pas de systèmes similaires disponibles industriellement.

2. Banc de mesure très haute température (THT)

À travers le premier banc de mesure en température disposant de 2 cellules de mesure, une de 7mm et l'autre de 13mm de diamètre, il est rendu aisé de caractériser tous les types de matériaux sur une large bande de fréquence jusqu'à 85°C (voir **Figure 52**). Dans la suite des travaux de cette thèse nous avons cherché à concevoir un autre banc de mesure afin d'atteindre des températures beaucoup plus élevées. En effet le point bloquant dans le banc de mesure précédent était la température maximale de mesure donnée par la température maximale d'utilisation des connecteurs coaxiaux RPC-7.

Le but de ces travaux est d'atteindre des températures d'échantillons de l'ordre de 300°C. La problématique majeure de ce genre de système est la propagation de la chaleur le long du système de mesure. Etant donné que les cellules de mesure sont métalliques il est impossible de contrer la propagation de cette chaleur. Ceci peut donc endommager tout le système de mesure associé. Dans la plupart des cas, les solutions pour réaliser des mesures haute-température, afin d'éviter cette dégradation, sont des systèmes de refroidissement qui sont onéreux et ne permettent pas forcément de bien refroidir tout le système. Le reste du temps on peut également utiliser des connecteurs haute température mais qui sont très onéreux et limitent encore la température maximale d'utilisation. De plus, il est important de noter qu'il existe à l'heure actuelle, très peu de solutions simples et large bande de bancs de mesure à haute température. La plupart des bancs de mesure ont été développés dans un contexte de recherche seulement. Nous avons donc cherché dans nos travaux à réaliser un nouveau banc de mesure en température permettant de contourner toutes les problématiques de mesure en température que nous avons citées dans les parties précédentes telles que la diffusion de la chaleur dans les connecteurs.

Nous proposons ici un tout nouveau concept de banc de mesure très haute température. Tout d'abord nous présentons le banc de mesure avec tous les composants qui le composent. Nous présentons également, le mécanisme de fonctionnement en explicitant les solutions choisies pour chaque partie.

a. Descriptif du banc de mesure THT

Le banc de mesure THT est basé sur 3 problématiques principales :

- Montée en température de l'échantillon, jusqu'à 300°C
- Tenue en température de la cellule de mesure
- Tenue en température des connecteurs coaxiaux. Interface entre la cellule et les câbles de l'analyseur de réseau.

Afin de répondre à ces différentes problématiques nous avons trouvé des solutions innovantes et surtout adaptables entre elles. Tout d'abord le chauffage de la cellule de mesure est effectué par un four tubulaire réalisé par l'entreprise *Carbolite-Gero* permettant de monter à des températures de plus de 1000°C. Cependant ce four a été calibré de façon à être optimisé pour des températures allant de l'ambient à 300°C afin de répondre précisément à nos besoins. La forme tubulaire permet ici d'adapter facilement une cellule de type coaxiale à l'intérieur et ainsi de la chauffer de façon homogène. Sa structure interne, réalisée en matériau réfractaire permet de maintenir et de réguler la température. La cellule positionnée dans cette zone à température régulée est ainsi chauffée dans son ensemble à la consigne de température cible. Dans ces

conditions, la température au niveau de l'échantillon sous test peut être considérée comme connue et homogène.

La cellule de mesure elle-même a besoin de supporter des températures élevées car elle est positionnée complètement dans la zone à haute température. Toutes les pièces de cette cellule ont été conçues pour s'adapter aux dimensions du four et de l'échantillon de matériau sous test (diamètre extérieur de la rondelle de matériau : 7mm). Ces dimensions ont été choisies pour être en mesure de couvrir la bande spectrale jusqu'à 18GHz, pour couvrir les bandes liées aux applications militaires visées.

Enfin le point inévitable de ce nouveau banc de mesure et le plus délicat à réaliser, est l'étude d'un nouveau système de connecteurs coaxiaux supportant des températures d'environ 300°C au sein de l'échantillon sous test. Pour cela nous avons conçu des connecteurs que nous nommons « temporaires » ; en fait la connexion entre les cordons du VNA et la cellule de mesure n'est réalisé que dans un temps très court pour éviter une propagation de la chaleur trop importante, ce qui détruirait la connectique et par ricochet, potentiellement les appareils. Ainsi en limitant le transfert de chaleur entre la cellule de mesure présente dans le four à très haute température et les câbles de mesure de l'analyseur de réseau via cette connexion temporaire, la mesure à très haute température devient possible ! Cependant la réalisation de ce type de connecteur étant innovante, il a été nécessaire de valider tout d'abord les connecteurs en termes de mesure électromagnétique mais également le principe de connexion et déconnexion concernant la répétabilité de mesure.

La réalisation du système complet a été faite au sein du laboratoire et sur des moyens propres. La **Figure 76** permet de résumer le principe du banc de mesure complet réunissant les grandes parties.

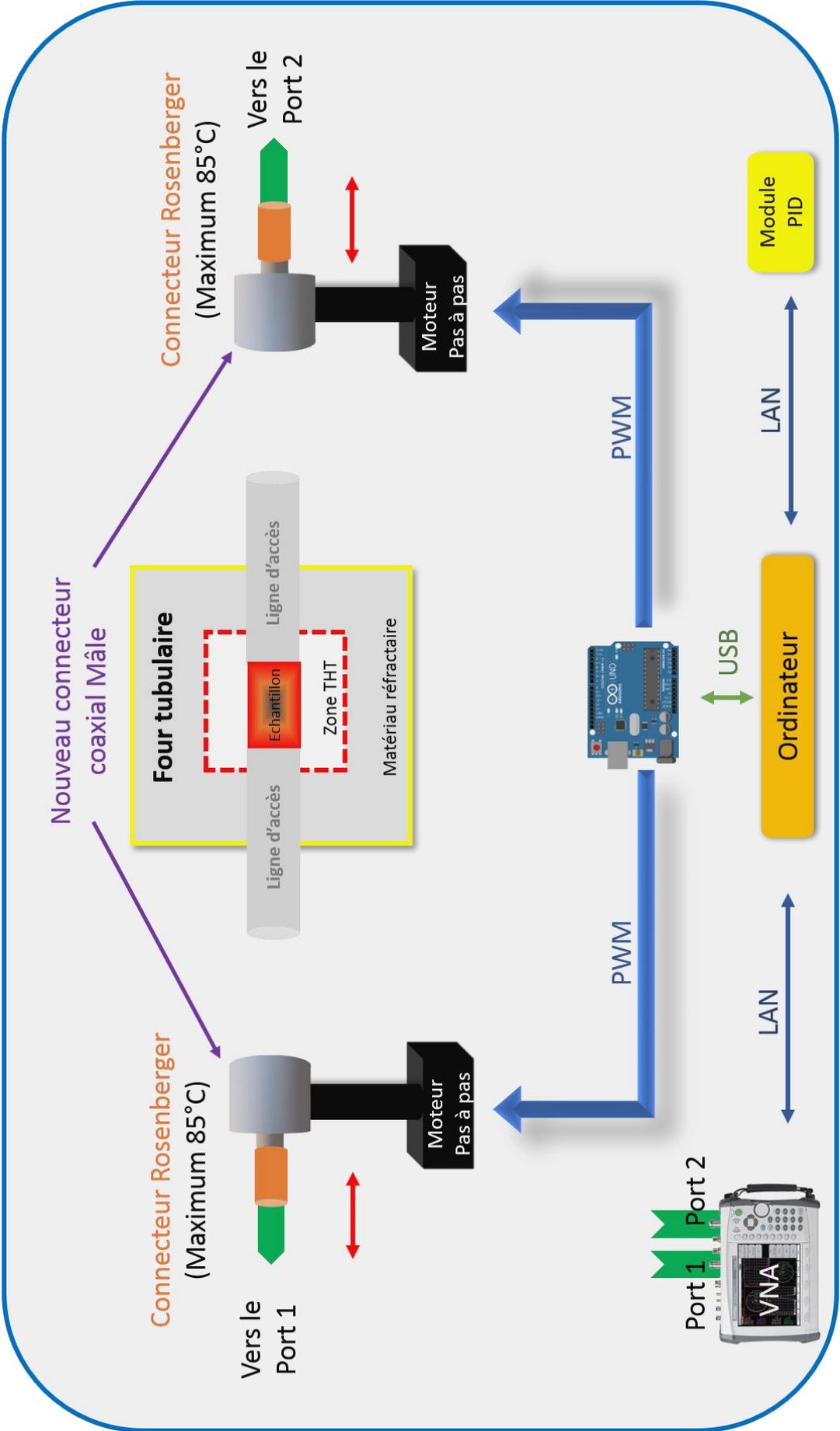


Figure 76 Synopsis du banc de caractérisation de matériaux THT.

DESCRIPTIF DU SYSTEME DE CHAUFFAGE

Pour notre application principale, l'aéronautique, la température visée était au-delà de 200°C. De plus l'utilisation de cellule coaxiale était nécessaire afin de réaliser des mesures sur des larges bandes de fréquences. Le système de chauffage devait donc répondre à ces différents critères et surtout s'adapter à d'éventuels changements dans le banc de mesure. Enfin il devait disposer d'un module de thermorégulation simple à piloter et surtout contrôlable à distance afin d'être intégré dans notre système informatique. Le choix s'est donc fait sur un four tubulaire de chez *Carbolite-Gero* (**Figure 78**).

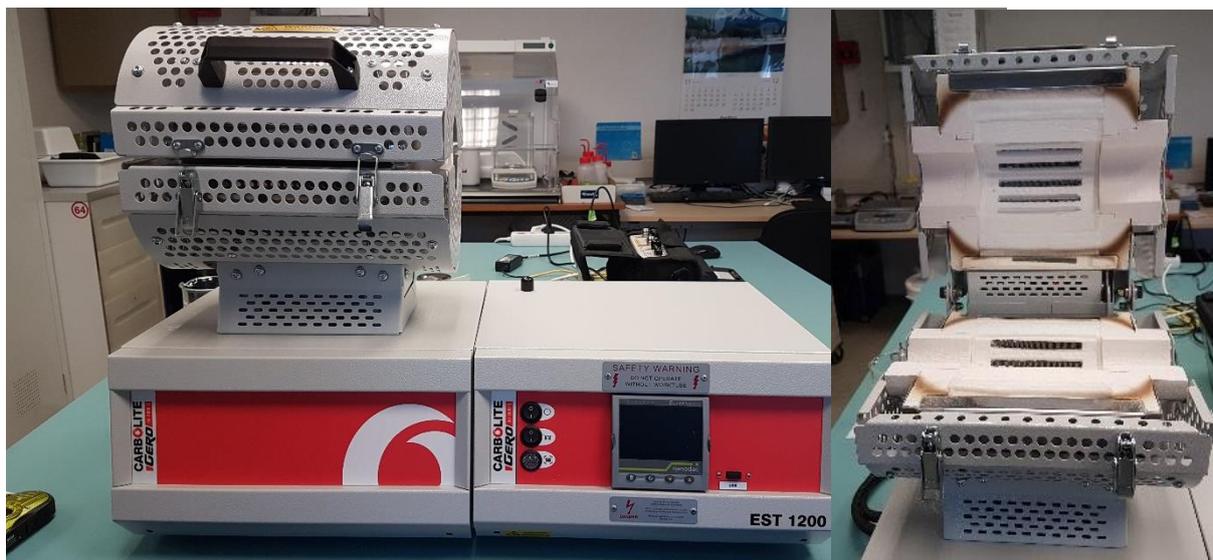


Figure 77 Four tubulaire (à gauche) avec son système de thermorégulation (à droite) ; EST150 de chez *Carbolite-Gero* [80].

Ce four est constitué d'une zone chauffage (**Figure 78**) où l'on place l'élément à chauffer. On y retrouve une zone thermorégulée jusqu'à théoriquement 1200°C. Le four a été calibré de façon à optimiser le chauffage jusqu'à 300°C. Il est important de noter que le four tubulaire dispose d'une sonde propre à l'intérieur de la zone de chauffage. La température alors mesurée est la température moyenne dans la chambre de chauffage.



Figure 78 Zone de chauffage du four tubulaire

En complément on retrouve (à droite sur la **Figure 77**) un module de thermorégulation (Fonction PID) permettant de contrôler précisément la zone de chauffage. Ce module est vendu

dans le but de programmer des mises en température du four tubulaire à travers des processus. Ces processus peuvent être programmés à l'aide d'une interface graphique. Le déclenchement de ces processus se fait également via l'interface de programmation mais ne peut en aucun cas être lancé à distance.

Afin d'intégrer ce système de chauffage dans notre outil de mesure informatique nous avons cherché une solution pour piloter cet appareil à l'aide d'un ordinateur et ainsi corréliser la mesure de permittivité avec une mesure de chauffage. La communication entre l'ordinateur et le four se fait via l'intermédiaire de l'entrée Ethernet du module de thermorégulation. Le type de communication utilisée est le TCP, permettant un contrôle facile depuis le logiciel sur l'ordinateur.

NOUVELLE CELLULE DE MESURE

Une fois le système de chauffage choisi et fonctionnel, nous nous sommes consacrés au choix et à la réalisation de la cellule de mesure. Cette cellule de mesure constituant le cœur de la mesure de permittivité et de perméabilité il fut nécessaire de définir un cahier des charges stricte :

- Tout d'abord la cellule doit permettre de caractériser des matériaux jusqu'à au moins 18GHz. Il est donc nécessaire d'utiliser une cellule coaxiale de 7mm diamètre. Un diamètre plus petit serait trop compliqué à usiner et utiliser de façon expérimentale.
- La cellule doit être aux dimensions du four. Etant donné que les connecteurs se fixent sur la cellule doivent être placés à l'extérieur du four, la cellule doit être plus longue que le four.
- La cellule doit être divisée en 3 parties afin d'obtenir une zone échantillon au centre dans laquelle le matériau à mesurer sera positionné. La zone échantillon sera alors placée au centre du four permettant un chauffage aussi parfait que possible. De plus l'isolement de la zone échantillon permet de réaliser un étalonnage de la cellule.
- Etant donné la longueur de la cellule, il est préférable de prévoir la possibilité d'un étalonnage de celle-ci. Nous avons donc opté pour un calibrage de type TRL (*Through – Reflect - Line*) [52], [81], plus particulièrement sur le *multiline* TRL. Ce dernier permet une réduction des erreurs aléatoires en connectant des lignes supplémentaires de différentes longueurs.
- Enfin la cellule doit être réalisée avec peu de matière de façon à limiter le transfert thermique entre l'extérieur et l'échantillon interne.

Sur la base de ce cahier des charges nous avons réalisé une cellule de mesure coaxiale divisée en trois parties (voir **Figure 79**). Chaque partie possède une âme et une zone externe formant les milieux conducteurs de la cellule coaxiale. Les âmes sont maintenues par des petites rondelles en PEEK. De plus la zone échantillon est gardée vide de façon à pouvoir isoler tous les éléments pouvant désadapter la mesure (Rondelles diélectriques).

Le rapport de diamètre 7mm/3,04mm a été choisi pour obtenir une adaptation à 50Ω le long de la cellule et permet de réaliser des mesures jusqu'à 18GHz.

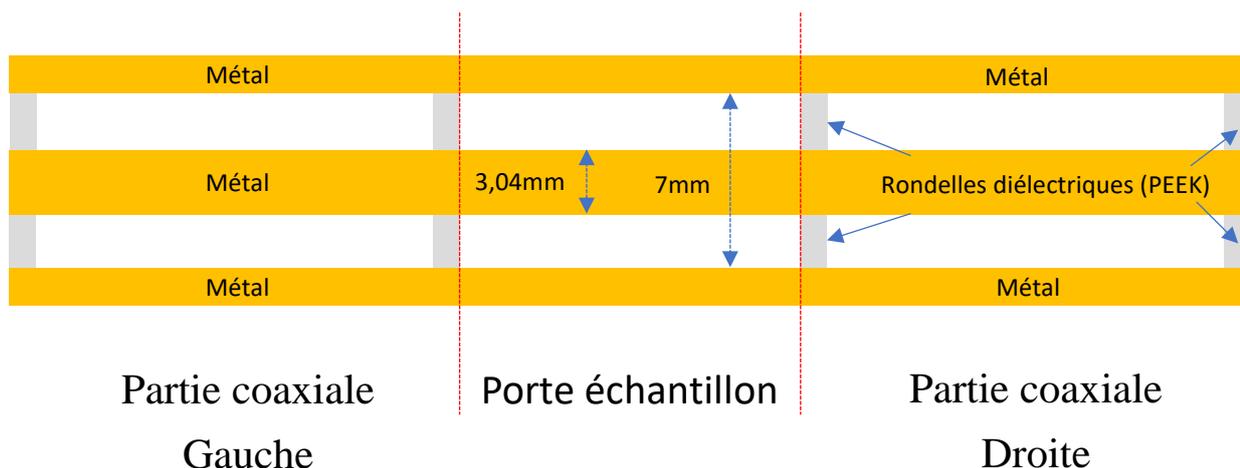


Figure 79 Schématique de la nouvelle cellule de mesure THT en trois parties. Les zones en couleur orange, sont en matériau parfaitement conducteur (Métal). Les parties grises en sont en PEEK.

Tous les plans 2D et 3D de la cellule ont été réalisés à partir de logiciels de CAO (*Draftsight* et *Blender* ; voir **Figure 80**).

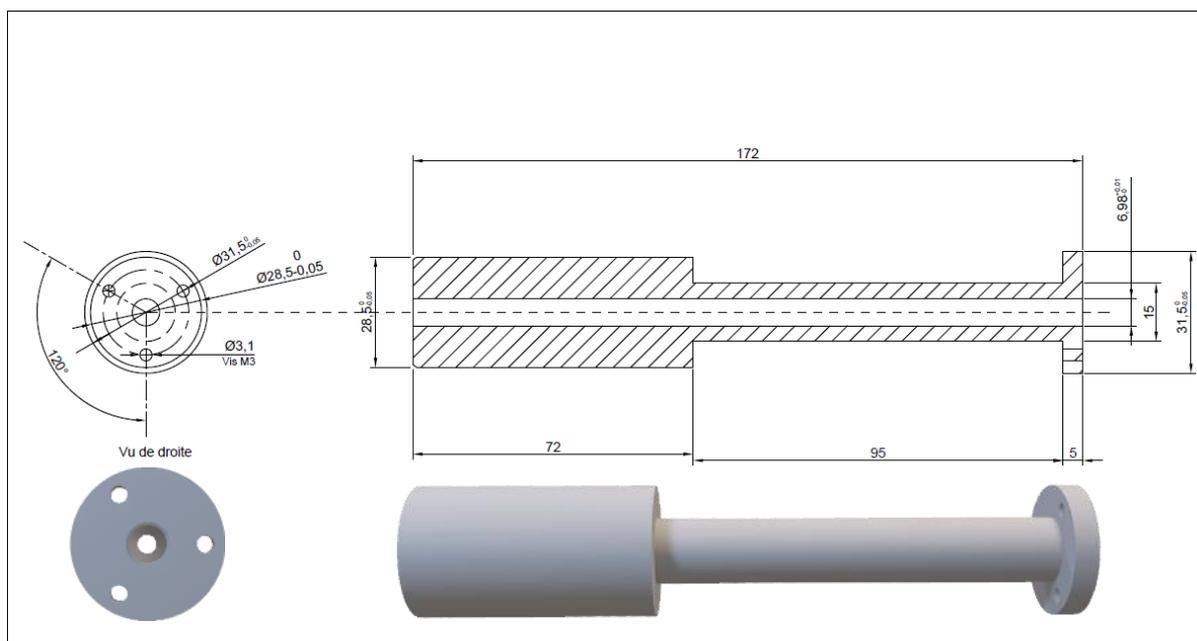


Figure 80 Schéma 2D et 3D obtenus par CAO, de la partie gauche de la nouvelle cellule THT.

Seules les parties externes des morceaux cellules ont été modélisées et réalisées en aluminium (**Figure 81**) par les mécaniciens du laboratoire. Etant donné la longueur de la cellule l'usinage de celle-ci est complexe et donne accès à des précisions de l'ordre de 0,1mm sur les diamètres des parties externes. L'emboîtement de chaque morceau de la cellule se fait grâce à un système de vis et d'écrous (voir **Figure 81**). Pour les parties coaxiales gauches et droites de la cellule, un des côtés est réalisé de façon à servir de connecteur femelle dans lequel se positionnera le futur connecteur mâle.

Les âmes de chaque partie de la cellule ont été achetées séparément et le lien entre chaque morceau se fait par emmanchements des uns dans les autres.



Figure 81 Photo de la nouvelle cellule de mesure THT en aluminium.

Une fois la cellule et les âmes obtenues, nous avons cherché un matériau pouvant servir comme rondelles diélectriques dans la cellule. Sachant que la température sera élevée, notre choix s’est porté sur le PEEK. Ce matériau résiste à de fortes températures (<250°C) et est purement diélectrique.

Dans la suite de la réalisation, nous avons conçu un kit d’étalonnage pour pouvoir calibrer la cellule de mesure. Ce kit est basé sur le principe des kits TRL (**Figure 82**).

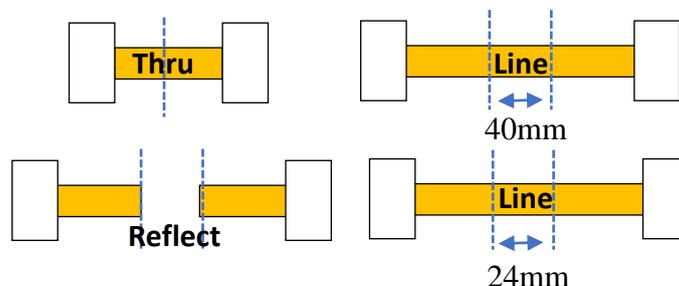


Figure 82 Schéma d’un calibrage de type TRL avec deux lignes de propagation.

Sur la même base que la cellule, le kit de calibrage TRL (*Through - Reflect - Line*) a été réalisé, comme la cellule, au sein du laboratoire (**Figure 83**). Ce kit a été réalisé aux mêmes dimensions que la cellule de mesure de façon à pouvoir utiliser chaque élément à la place du porte échantillon.

Le « *Through* » est obtenu en reliant directement les parties de droite et de gauche de la cellule en enlevant la zone échantillon. Pour la mesure « *Reflect* » une ligne de propagation remplie de métal a été usinée quant à la mesure « *Line* », 2 lignes ont été faites. La première ligne mesure 40mm de long et la deuxième ligne, 24mm. La ligne de 24mm est celle utilisée comme porte échantillon lors de la mesure d’un matériau.

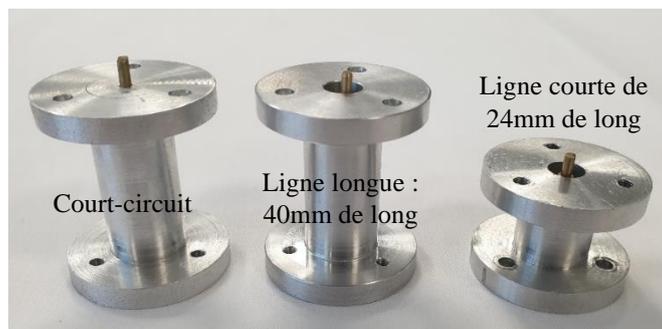


Figure 83 Kit de calibrage de la cellule THT. De gauche à droite, on retrouve le court-circuit, la ligne longue de 40mm et la ligne courte de 24mm.

Le choix d'utiliser 2 lignes de propagation a été fait pour améliorer le résultat du calibrage. En effet dans notre cas il est possible d'ajouter autant de lignes à mesurer que possible afin d'augmenter la précision du calibrage. Cependant plus on utilise de lignes et plus l'erreur humaine dans la mesure devient grande, il n'est donc pas judicieux d'utiliser trop de lignes de propagation.

Afin de calibrer la cellule, chaque mesure du kit de calibrage doit être effectuée séparément. De plus, lors de chaque mesure la cellule est placée dans le four de manière à pouvoir effectuer un calibrage à la température souhaitée. Dans notre cas le calibrage était effectué à température ambiante en considérant que l'allongement de la cellule était négligeable.

Le logiciel présent dans l'ordinateur analyse ensuite chaque mesure de calibrage et les utilise dans les mesures qui suivent (voir **Annexe 2** : Calibrage TRL).

CONNECTEURS A CONNEXION TEMPORAIRE

De nos jours, la plupart des connecteurs coaxiaux, permettant de relier des câbles de mesure d'un analyseur de réseau à un dispositif sous test sont limités en température. Nous utilisons pour tous nos systèmes de mesure, des connecteurs RPC7 de chez Rosenberger (voir **Figure 52**) utilisable pour des températures allant de -40°C à 85°C . Ces connecteurs sont unisexes et se connectent entre eux grâce à un système de collerettes qui se vissent entre elles. Le désavantage de ces systèmes est qu'il est nécessaire de les visser et dévisser à chaque fois que l'on veut déconnecter la cellule des câbles de mesure.

Deux points ont donc été étudiés pendant la thèse pour le nouveau système de connecteurs :

- Réaliser des connecteurs à connexion par emmanchement, de façon à pouvoir les connecter ou les déconnecter par une simple translation.
- Développer un système de mouvement rectiligne précis, permettant de déplacer les connecteurs.

Système de positionnement

Nous avons commencé par la réalisation du deuxième système permettant de positionner des connecteurs à des positions très précises et de pouvoir répéter l'opération autant de fois que nécessaire. Sur la base d'une plateforme robotisée permettant de transformer un mouvement de rotation via un moteur pas à pas en mouvement de translation grâce à une vis sans fin le système de positionnement a été finalisé et piloté via un environnement Arduino. L'environnement Arduino a ensuite été programmé de façon à interagir avec l'ordinateur (voir **Annexe 3** : Programme arduino) et surtout le logiciel permettant de gérer la mesure de permittivité et de perméabilité à travers l'analyseur de réseau, et de piloter le module en température.

L'étape suivante a été la validation du système de positionnement. Pour information, les moteurs utilisés sont des moteurs pas à pas bipolaire avec une précision de 1.8°C par pas effectué. En termes de déplacement horizontal sur notre banc de mesure cela peut se traduire par un déplacement de 350nm sachant que l'erreur est d'environ 5% ce qui équivaut à 17.5 nm. On peut donc s'attendre à une grande précision au niveau du positionnement avec ce système. Afin de le valider précisément nous avons réalisé des plateformes en haut desquelles sont positionnés des connecteurs classiques PC7 que nous avons à disposition. Comme précisé plus haut, ces connecteurs se connectent via un système de collerettes vissées les unes sur les autres.

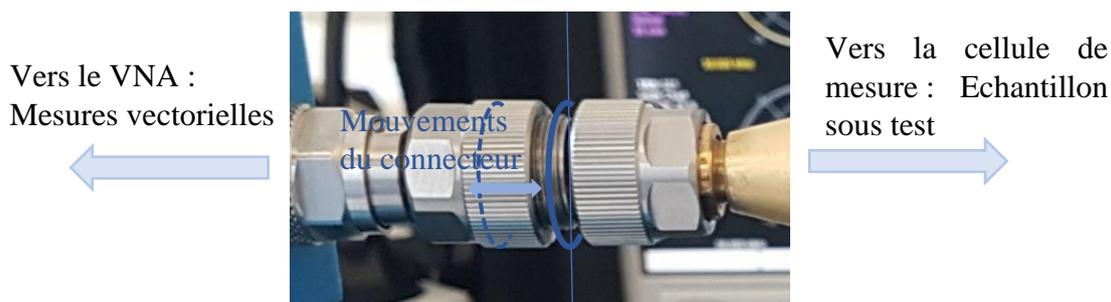


Figure 84 Système de test de validation de connexion temporaire avec une paire de connecteurs RPC7 en face à face. La partie de gauche est reliée au cordon de l’analyseur de réseau. Celle de droite est fixée sur la cellule 13mm.

En sortant la collerette d’un des deux connecteurs et en amenant délicatement celui-ci vers un autre connecteur du même type (voir **Figure 84**) avec la collerette dans l’autre position (à savoir rentrée), il est possible de réaliser une connexion correcte. Cependant il est nécessaire de maintenir correctement les deux connecteurs en contact en position « connectée ». Pour cela notre système de translation motorisée est très bien adapté.

Nous avons ainsi placé la cellule de mesure 13mm disposant de connecteurs RPC7 de part et d’autre de ses extrémités et fixé des connecteurs identiques sur les plateformes mouvantes en vis-à-vis de la cellule (**Figure 85**).

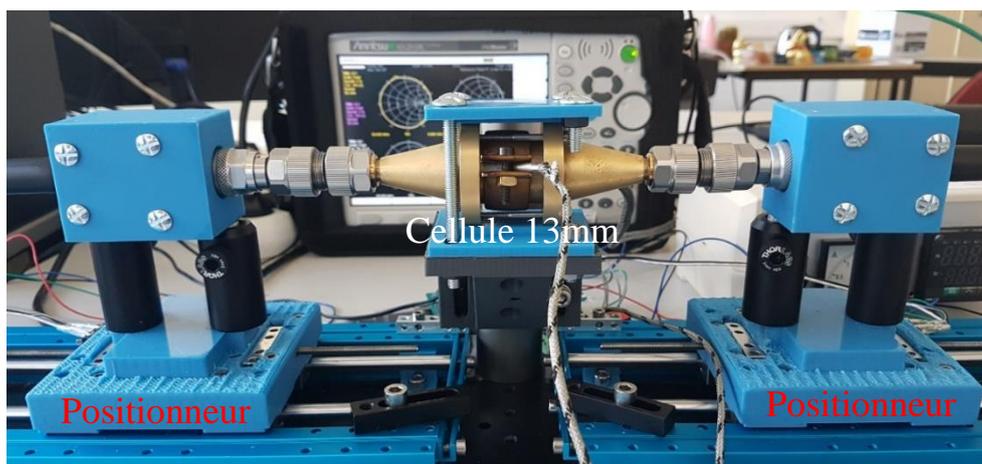


Figure 85 Système test de connexion et déconnexion avec des connecteurs PC7 en utilisant les plateformes de translation

Afin de pouvoir caractériser ces systèmes de translation en termes de répétabilité, nous avons réalisé une série de 50 mesures en connectant et déconnectant les connecteurs par simple contact en utilisant les positionneurs. La position à laquelle les plateformes, où se trouvent les connecteurs des câbles, sont amenées, est identique pour toutes les mesures. Pour faciliter la lecture des données nous avons choisi de regarder l’évolution du module de S_{11} lors des mesures. Nous calculons une valeur moyenne de ce module et mesurons la déviation de chaque mesure par rapport à cette moyenne en %.

Sur la **Figure 86**, nous présentons nombres de mesures en fonction de la déviation à 10MHz, 1GHz et 2GHz. On observe que quelle que soit la fréquence, les déviations sont inférieures à 1%. Ces résultats confortent le fait que notre système est stable en fréquence et permet de connecter et déconnecter un système avec très peu d’erreurs.

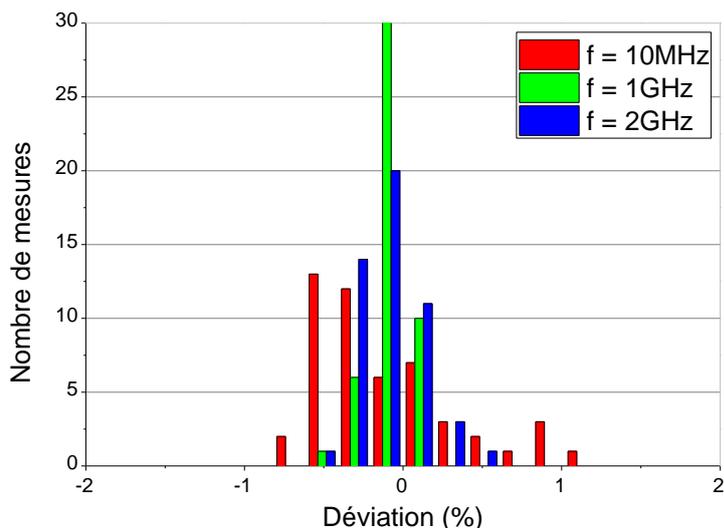


Figure 86 Déviation du module de S_{11} sur une série de 50 mesures à plusieurs valeurs de fréquence.

Ces derniers résultats ont montré l’efficacité d’un système de translation combiné à un système de connexion temporaire. Cependant les essais étaient effectués avec des connecteurs PC7 ce qui ne correspond pas à l’application finale que nous voulons réaliser.

Nouveaux connecteurs

Une fois les positionneurs réalisés et validés, nous avons pu nous consacrer au design des nouveaux connecteurs. Nous avons donc travaillé sur un connecteur personnalisé qui viendrait d’un côté épouser la forme de la cellule. Contrairement à la majorité des connecteurs qui se connectent entre eux nous avons décidé de créer un simple connecteur venant se connecter directement sur la cellule de mesure en limitant les connexions. Le connecteur est donc placé du côté du câble de l’analyseur de réseau et sera connecté par un connecteur PC7 à celui-ci.

Comme pour l’ensemble de la cellule de mesure, nous avons réalisé les plans 2D et 3D de ces connecteurs (**Figure 87**).

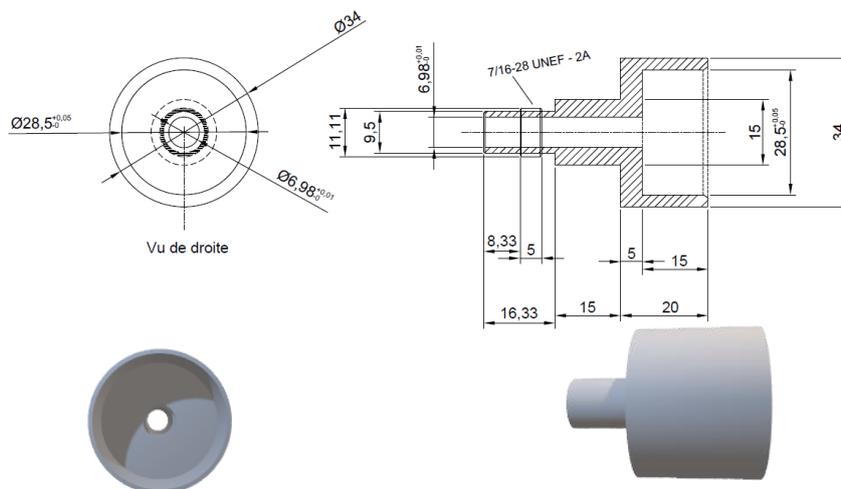


Figure 87 Schéma 2D et 3D du connecteur de la nouvelle cellule THT. Dessin réalisé avec DraftSight2018.

Les pièces ont été réalisées à partir de ces plans (**Figure 88**).

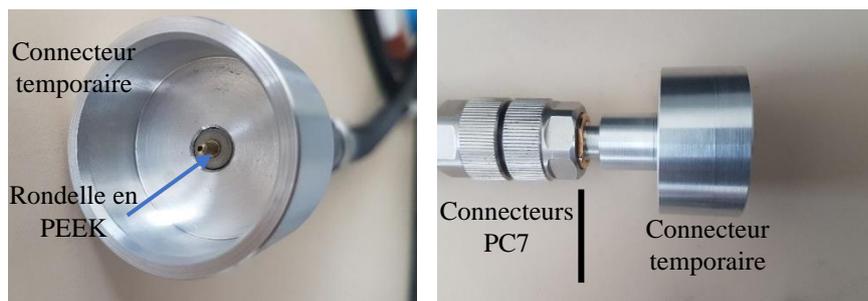


Figure 88 Photo d'un connecteur de la cellule de mesure THT

Les connecteurs sont composés d'une partie extérieure en aluminium, d'une âme intérieure en cuivre ainsi que d'une lamelle en plastique haute température (PEEK) collée grâce à de la colle cyanoacrylate, permettant de maintenir l'âme au centre du connecteur. Le PEEK [82] est un matériau diélectrique comme le téflon mais permet une utilisation jusqu'à environ 250°C.

Ces connecteurs disposés de part et d'autre de la cellule et connectés aux câbles de mesure de l'analyseur de réseau doivent être déplacés linéairement. Ce système doit permettre de connecter ou déconnecter la cellule de mesure aux connecteurs.

Finalement, nous avons remplacé dans le système montré à la **Figure 85** la cellule 13mm par la nouvelle cellule de mesure et rajouté aux bouts des connecteurs PC7, les nouveaux connecteurs temporaires. Enfin la cellule coaxiale est placée dans le four tubulaire et les systèmes de translation, de part et d'autre du four (voir **Figure 89**). Nous avons donc testé le système de connexion et de déconnexion avec les nouveaux connecteurs en mettant en place tout le banc de mesure constitué de la nouvelle cellule, du four, du module de translation et des connecteurs.

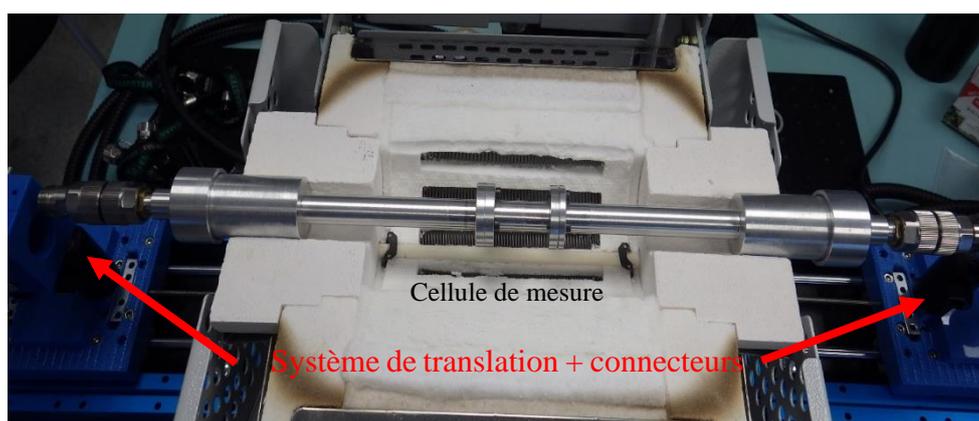


Figure 89 Système de mesure THT complet

Pour résumer, le système de mesure est donc composé, de deux systèmes de translation symétriques (**Figure 90**), disposés de part et d'autre du module de chauffage. Ces systèmes de translation sont fixés sur une table optique et surélevés grâce à des pieds réglables, de façon à positionner les câbles de l'analyseur de réseau au niveau de l'axe du four tubulaire. Au bout de ces câbles sont fixés nos nouveaux connecteurs grâce à des connecteurs PC7. Plus loin, à

l'intérieur du four tubulaire, se trouve la cellule de mesure maintenue par les ouvertures du four lorsque que celui-ci est fermé.

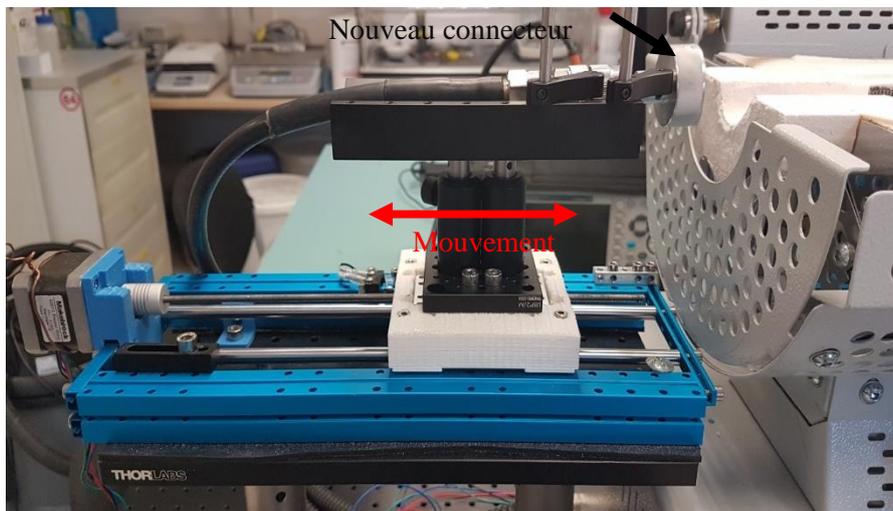


Figure 90 Système de translation complet couplé au connecteur de la cellule THT

Chaque module du système est contrôlé indépendamment des autres, il est donc possible de n'utiliser que les moteurs sans le système de chauffage et même de ne pas utiliser les systèmes de translation tout en réalisant des mesures à travers les câbles et la cellule avec le VNA. De ce fait, afin de tester comme précédemment la répétabilité de la connexion et déconnexion avec la nouvelle cellule de mesure THT et ses connecteurs dédiés. 25 mesures ont été réalisées à plusieurs valeurs de fréquences.

Comme précédemment, la valeur étudiée est la déviation du module du S_{11} . Les résultats obtenus (**Figure 91**) montrent une déviation plus importante et majoritairement pour des fréquences élevées. Ces résultats montrent que dans l'état actuel, la mesure ne peut être correctement effectuée au-delà de 3GHz. Ces problèmes aux fréquences élevées sont induits par un mauvais alignement du banc de mesure.

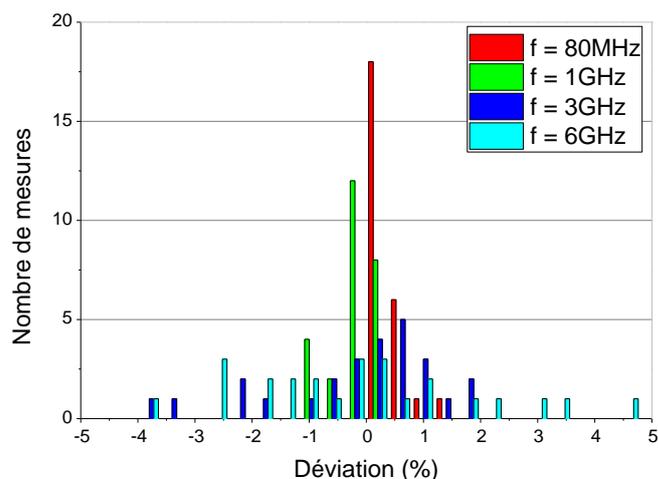


Figure 91 Déviation du module de S_{11} sur une série de 25 mesures à plusieurs valeurs de fréquence.

Pour régler ce problème, nous avons retravaillé sur l'alignement des connecteurs. Le premier souci observé lors de la connexion et la déconnexion était le blocage temporaire des connecteurs femelles dans les connecteurs mâles. Cet effet produit une force importante en direction du four, fait frotter la cellule contre les parois du four. L'intérieur du four est réalisé avec un matériau très peu poreux qui résiste aux fortes températures. Cependant la cellule étant maintenue à l'intérieur elle a tendance à creuser ce matériau et ainsi descendre au fur et à mesure des connexions et déconnexions. Pour corriger cela, nous avons rajouté des plaques métalliques observables sur la **Figure 89**. Ces plaques empêchent le contact entre le matériau du four et la cellule mais n'empêchent pas un blocage dû à un mauvais alignement.

Une autre solution adoptée pour améliorer l'alignement du banc de mesure a été d'augmenter les degrés de liberté sur les systèmes de translation permettant de pouvoir déplacer le plus précisément possible la direction du connecteur. Avec ces différentes solutions et après du temps pour aligner au mieux le système, 100 mesures de connexion et déconnexion ont été réalisées successivement (**Figure 92**).

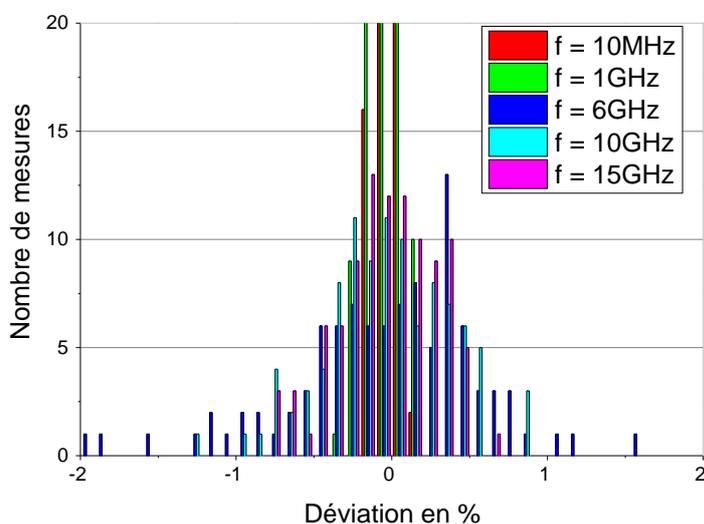


Figure 92 Déviation du module de S_{11} sur une série de 100 mesures à plusieurs valeurs de fréquences.

Les résultats sont bien plus prometteurs que les précédents. En effet l'erreur est maintenant contenue autour de 1%. De plus les mesures ont été réalisées entre 10MHz et 15GHz et contrairement à précédemment les mesures sont inférieures à $\pm 1\%$ quel que soit la fréquence. Ces différents résultats sur la déviation du module du S_{11} pendant des phases de connexion et déconnexion permettent de démontrer l'importance du facteur humain dans la mesure. Pour la suite des manipulations il est très important de passer du temps à aligner le banc de mesure pour diminuer le plus possible les erreurs engendrées par ce nouveau système de connexion.

b. Mesures à températures ambiantes

Une fois le système de connexion et de déconnexion validé, des tests sur des mesures simples c'est-à-dire à température ambiante sur des matériaux connus ont été effectués.

Figure 93 Cellule THT complète avec le porte échantillon 24mm démontée.



Pour réaliser une mesure sur un matériau, le porte échantillon de 24mm et les deux morceaux de la cellule THT sont utilisés (**Figure 93**).

L'échantillon est ensuite placé dans le porte échantillon 24mm de façon à avoir une face à un des bords du porte échantillon. Cette étape est importante puisque le calibrage permet d'obtenir une mesure finale d'un bout à l'autre du porte échantillon. Il est donc nécessaire de positionner l'échantillon précisément afin de pouvoir réaliser un « *de-embedding* » et obtenir les paramètres S de l'échantillon. Enfin la cellule THT est assemblée avec le porte échantillon et placée dans le four tubulaire.

Ainsi, la mesure est ensuite décomposée en 5 parties distinctes (**Figure 94**) :

- Gestion de la température

L'ordinateur communique avec le four pour donner une consigne de température. Une fois la température atteinte, un temps supplémentaire est attendu de façon à homogénéiser la température au sein de l'échantillon.

- Connexion

L'ordinateur pilote un environnement Arduino de façon à commander les moteurs pas à pas pour les connecteurs mâles vers les connecteurs femelle (Cellule THT). L'état *connecté* correspond à l'arrivée du connecteur à une position précise. Celle-ci est définie avant la mesure.

- Obtention des paramètres S

L'ordinateur questionne l'analyseur de réseau sur les valeurs de paramètres S obtenues dans la mesure. L'objet de calibrage calculé précédemment est ensuite utilisé sur la mesure de façon à obtenir les paramètres S du porte échantillon de 24mm seulement.

- Calcul de la permittivité

Afin de calculer la permittivité, il est nécessaire d'appliquer un « *de-embedding* » sur les paramètres S du porte-échantillon. Enfin l'algorithme développé dans la partie Mesures hautes fréquences est utilisé.

- Déconnexion

L'ordinateur ordonne à l'environnement *Arduino* de déplacer les connecteurs mâles vers la position 0 (position initiale). L'état « déconnecté » est connu par l'ordinateur comme étant l'arrivée à la position 0.

Une fois toutes ces étapes réalisées, une mesure est obtenue à une température donnée. Le logiciel est ensuite capable de recommencer le processus à une autre valeur de température et cela autant de fois que nécessaire. Afin de valider le calibrage et la mesure, une série de mesures à température ambiante a été faite sur des matériaux solides bien connus. Le premier matériau utilisé a été le PEEK. Pour rappel ce matériau est simplement diélectrique et est déjà utilisé comme entretoise dans la cellule de mesure afin de maintenir l'âme au centre de la cellule.

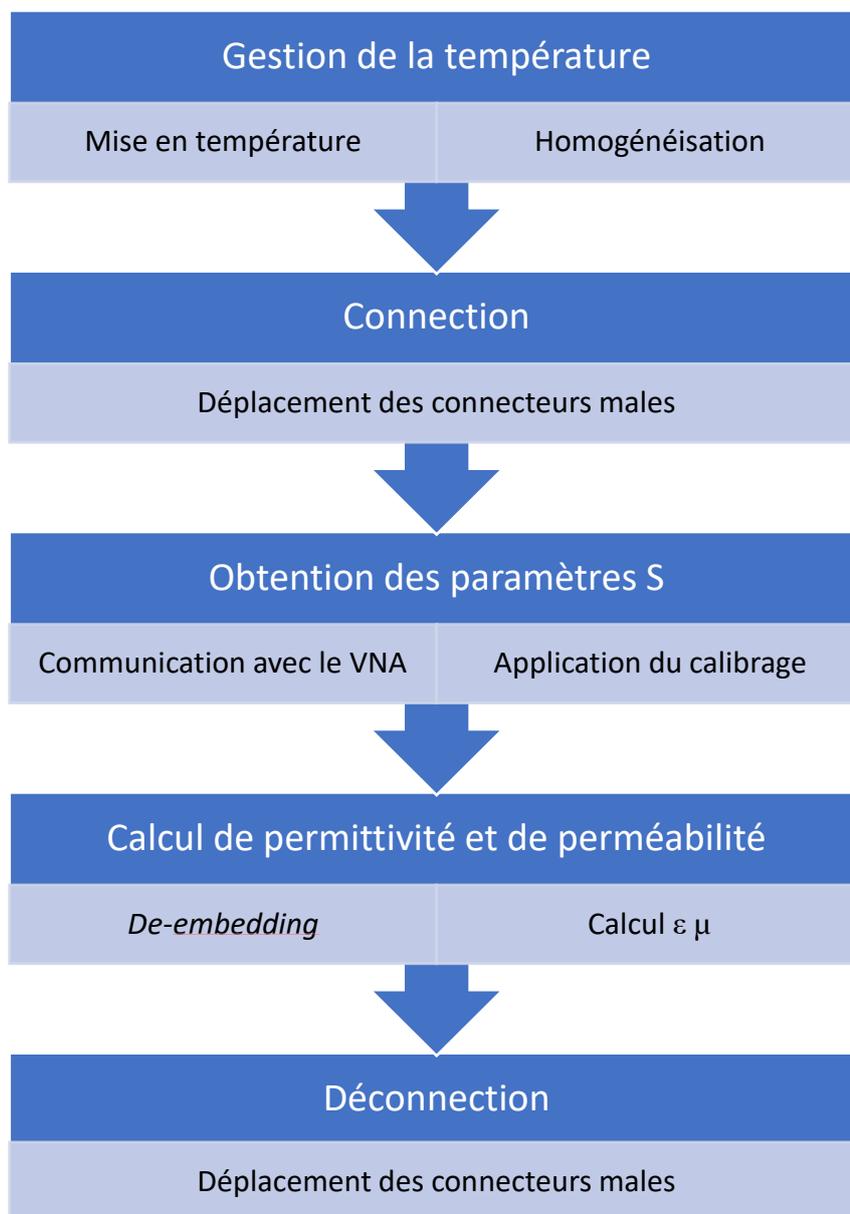


Figure 94 Processus de mesure de permittivité et de perméabilité à une valeur de température pour le banc de mesure THT.

La première mesure a été effectuée sur un échantillon de 3,4mm de PEEK entre 100MHz et 15GHz. Seuls les résultats des parties réelles ont été affichés puisque l'erreur sur la partie imaginaire était trop grande. Pour le PEEK la partie imaginaire de la permittivité et de la perméabilité est proche de 0 ce qui induit une erreur très grande. Les premiers résultats obtenus (**Figure 95**) ont permis de montrer la désadaptation importante non prise en compte dans les mesures, démontrées par ces ondulations. De plus la permittivité et la perméabilité obtenues ne correspondent pas à la littérature [82]. La permittivité devrait être constante et autour de 3 avec une perméabilité égale à 1.

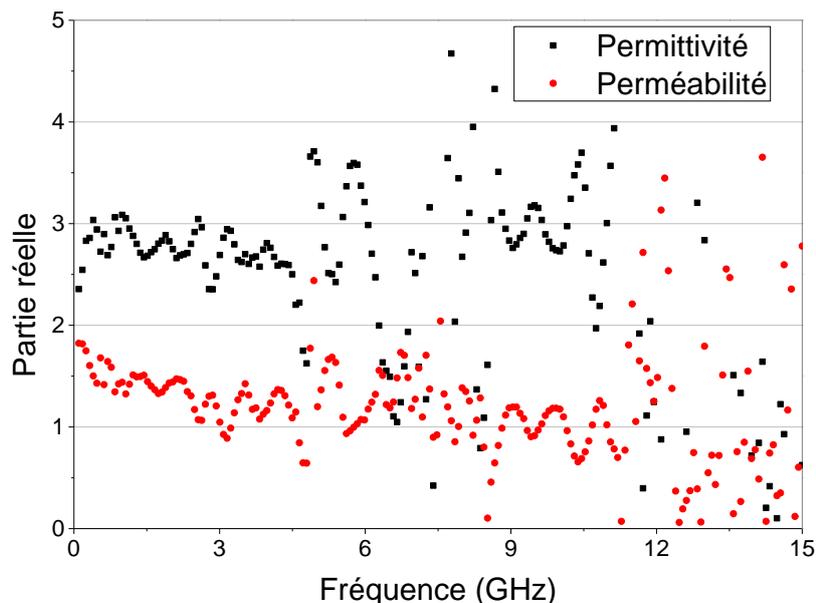


Figure 95 Mesure de permittivité et de perméabilité du PEEK avec la 1^{ère} version de la cellule THT. La mesure a été effectuée entre 100MHz et 15GHz avec un échantillon de 3,4mm.

Tout d’abord afin de vérifier d’où venait réellement l’erreur de mesure, l’adaptation complète de la cellule a été vérifiée. Pour ce faire les paramètres S_{11} et S_{22} avec un court-circuit au centre de la cellule sont observés (**Figure 96**).

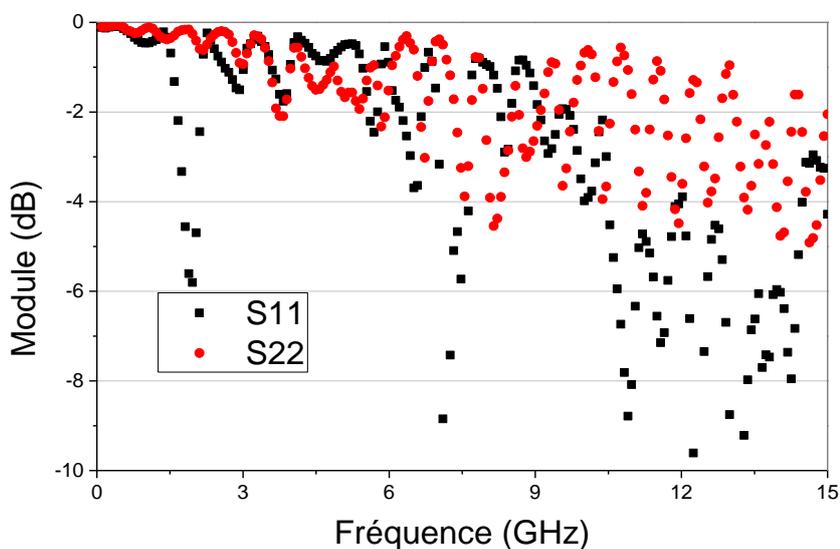


Figure 96 Paramètres S_{11} et S_{22} lors d’une mesure d’un court-circuit avec la 1^{ère} version de la cellule THT. Le court-circuit est celui du kit de calibrage. La mesure représente ainsi l’adaptation de la cellule à droite et à gauche du porte échantillon.

Les résultats montrent clairement qu’au-delà de 6GHz la cellule n’est plus du tout adaptée et les pertes deviennent très importantes. Nous avons vérifié la réalisation des pièces de la cellule

ainsi que celles du calibrage. Il s'avère que ces pièces n'étaient pas précisément fabriquées et que les dimensions attendues n'avaient pas été respectées.

Au lieu d'aller plus loin avec la cellule, tout l'ensemble mécanique a été refabriqué par une entreprise extérieure. Les connecteurs ont été également refaits de façon à diminuer la longueur de la connexion avec la cellule.

Après réception de la cellule, l'adaptation de la cellule a été revérifiée (**Figure 97**). En théorie, le module du S_{11} et du S_{22} devrait décroître continuellement au fur et à mesure que la fréquence augmente. On observe bien cet effet jusqu'à 10GHz. Au-delà de 10GHz la mesure devient très bruitée et le comportement ne correspond plus à une ligne adaptée. On peut maintenant considérer que la cellule est adaptée correctement jusqu'à 10GHz. Les prochaines mesures ne seront donc présentées que jusqu'à 10GHz.

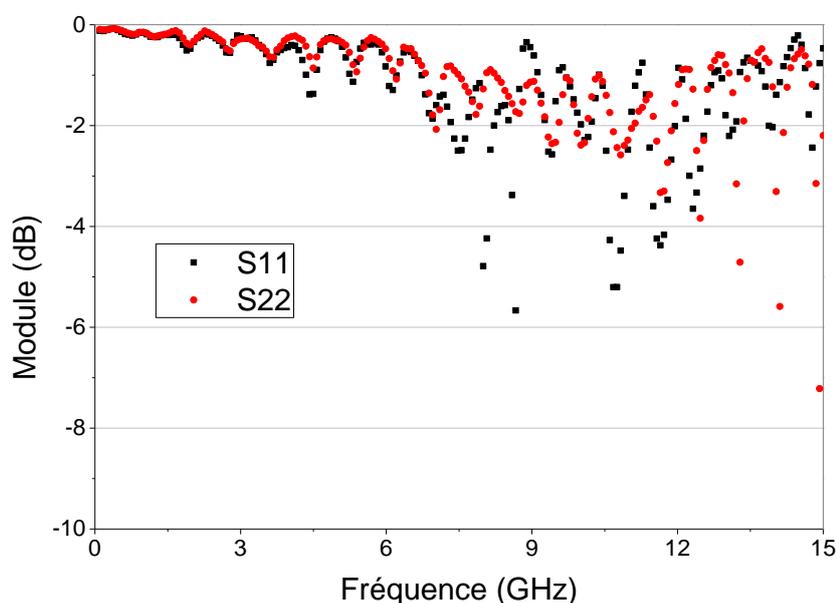


Figure 97 Paramètres S_{11} et S_{22} lors d'une mesure d'un court-circuit avec la 2nd version de la cellule THT. Le court-circuit est celui du kit de calibrage. La mesure représente ainsi l'adaptation de la cellule à droite et à gauche du porte échantillon.

La mesure du PEEK après le changement de cellule

Figure 98) montre bien l'influence de l'adaptation de la cellule. De même que précédemment nous affichons seulement la partie réelle. Comme la mesure d'adaptation montre la nette amélioration des mesures, les résultats de la mesure de permittivité et de perméabilité du PEEK sont bien plus proches de la littérature [82] qu'avec la première version de la cellule.

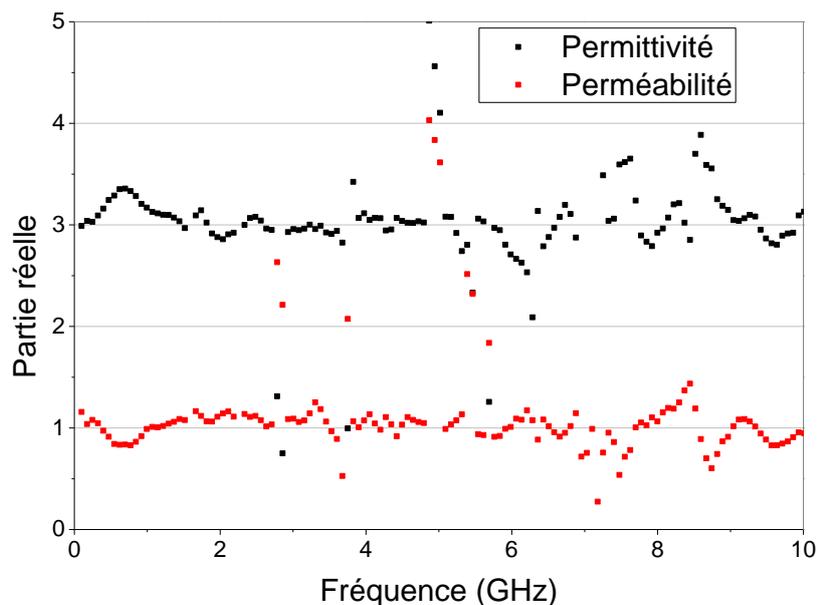


Figure 98 Mesure de permittivité et de perméabilité du PEEK avec la 2^{ème} version de la cellule THT. La mesure a été effectuée entre 100MHz et 15GHz avec un échantillon de 3,4mm.

Dans notre cas le changement du kit de calibrage a permis également l'amélioration de la mesure. A l'heure actuelle la mesure semble correcte jusqu'à 10GHz. Au-delà, la mesure n'est plus stable.

Comme avec le banc de mesure précédent et dans une optique de validation, les mesures de l'échantillon de PEEK ont été comparées avec celles obtenues en utilisant la cellule 7mm (**Figure 99** et **Figure 100**).

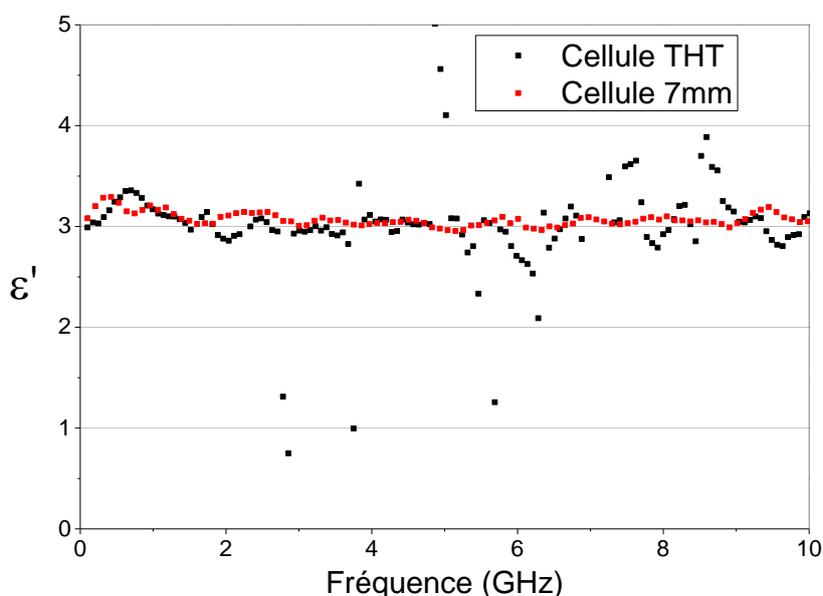


Figure 99 Comparaison de la mesure de permittivité d'un échantillon de 3mm de PEEK avec la cellule THT et la cellule 7mm du banc moyenne température.

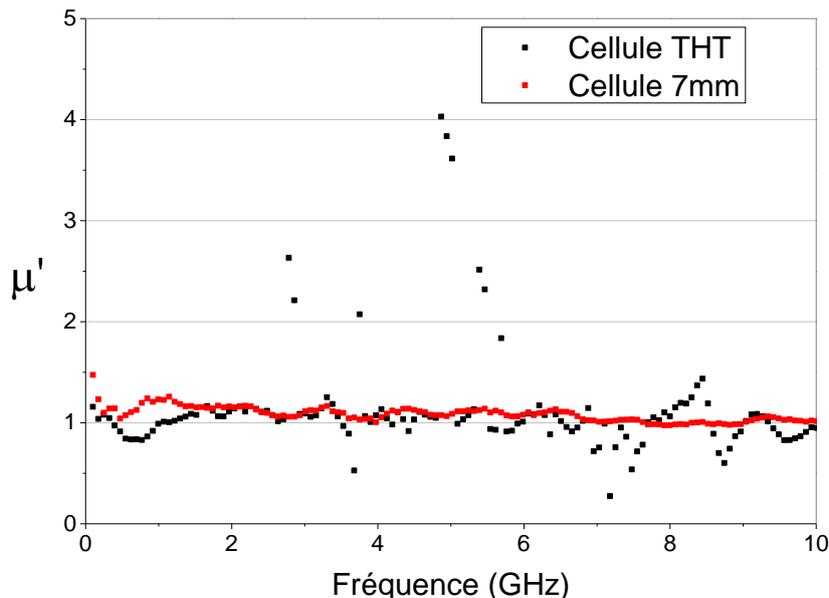


Figure 100 Comparaison de la mesure de perméabilité d'un échantillon de 3mm de PEEK avec la cellule THT et la cellule 7mm du banc moyenne température.

Pour en finir avec la validation du banc de mesure à température ambiante, nous avons choisi de caractériser l'APU10. En effet ce matériau a déjà été étudié avec le banc à moyenne température et permettra ainsi de valider complètement la mesure de permittivité et de perméabilité pour des matériaux solides. La mesure d'un échantillon de 1,8mm d'APU10 a été réalisée entre 100MHz et 10GHz (

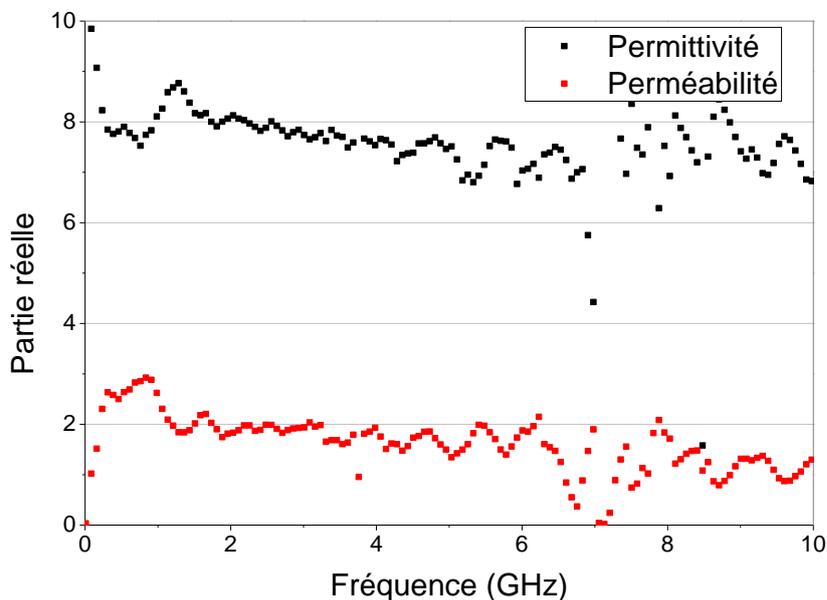


Figure 101). La mesure semble correcte jusqu'à 10GHz comme avec le PEEK. Cependant même avec la littérature il est difficile d'évaluer si la mesure est correcte ou non. Etant donné que l'APU10 avait été précédemment mesuré avec le banc moyenne température jusqu'à 15GHz en utilisant la cellule 7mm (**Figure 72** à **Figure 75**), nous avons comparé les deux séries de mesures.

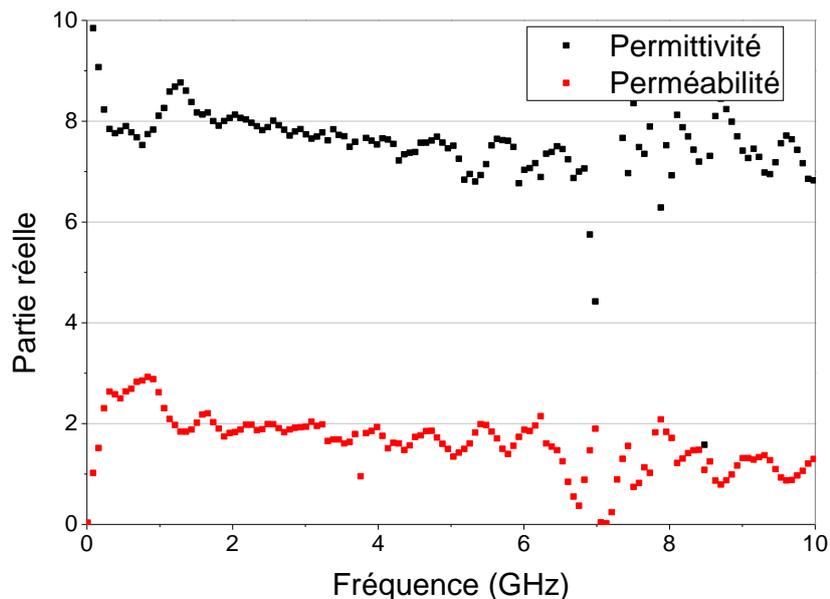


Figure 101 Mesure de permittivité et de perméabilité de l'APU10. La mesure a été effectuée entre 100MHz et 10GHz avec un échantillon de 1,8mm.

Les mesures de comparaison (**Figure 102** et **Figure 103**) entre la cellule THT et la cellule 7mm pour des mesures à 25°C sont très proches. Cependant on observe quelques différences au-delà de 6GHz. Ces écarts montrent les limites de précision du banc de mesure. La cellule et le moyen de mesure ne sont pas complètement fiabilisé pour monter à des fréquences plus élevées où des légères désadaptations peuvent avoir un impact important.

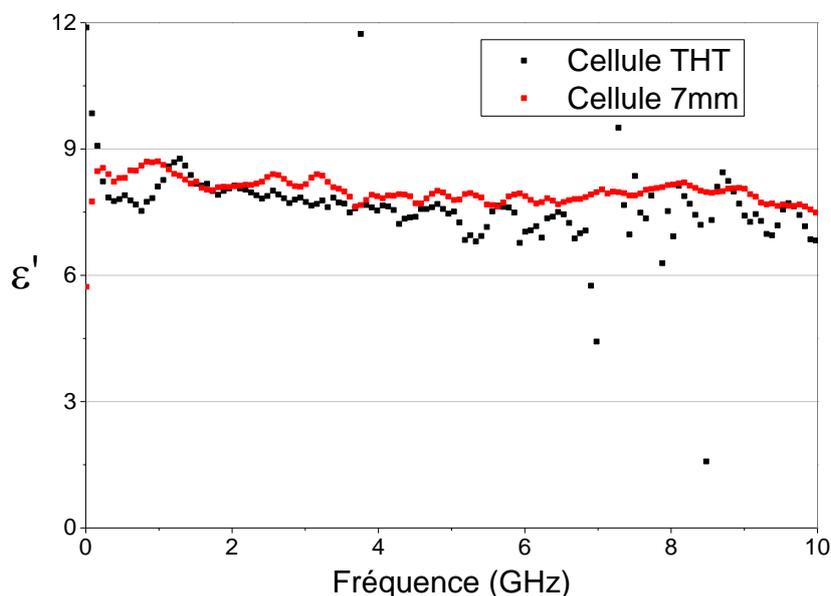


Figure 102 Comparaison de la mesure de permittivité et de perméabilité de l'APU10 entre la cellule THT et la cellule 7mm du banc moyenne température. La mesure a été effectuée entre 100MHz et 15GHz avec un échantillon de 1,8mm.

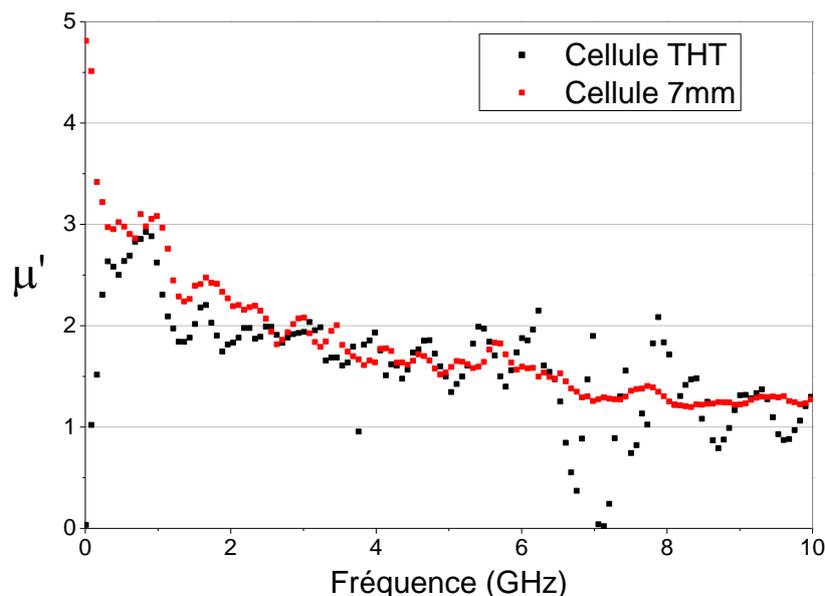


Figure 103 Comparaison de la mesure de permittivité et de perméabilité de l'APU10 entre la cellule THT et la cellule 7mm du banc moyenne température. La mesure a été effectuée entre 100MHz et 15GHz avec un échantillon de 1,8mm.

Que cela soit pour le PEEK ou pour l'APU10, les résultats obtenus à température ambiante sont très prometteurs. De plus ce système de mesure étant un prototype il reste encore beaucoup de choses possibles à améliorer. Du fait du manque de temps lors de la thèse, nous avons décidé de continuer avec ces conditions actuelles de mesure et de poursuivre vers la mesure en température. Les mesures seront considérées correctes en termes de permittivité et de perméabilité jusqu'à 10GHz.

c. Mesures à températures plus élevées

Pour rappel le banc de mesure réalisé avait pour objectif de pouvoir monter à de très hautes températures soit plus de 200°C. Pour cela nous avons divisé l'objectif en 2 étapes. La première est d'augmenter la température jusqu'à environ 100°C afin de comparer les mesures aux résultats obtenus avec le banc moyenne température. Une fois les résultats validés, l'objectif final était d'augmenter la température jusqu'à 200°C et de vérifier la tenue en température de la cellule et les nouveaux résultats obtenus. Pour rappel les âmes de la cellule THT sont maintenues par des rondelles de PEEK. Ce matériau ne peut normalement pas fonctionner à plus de 250°C. Afin de ne pas limiter les montées en température, nous avons remplacé ces rondelles par du quartz qui ne devrait pas poser de problème jusqu'à 500°C. Comme celles de PEEK rondelles sont maintenues par une colle cyanoacrylate.

Tout comme à température ambiante, la mesure en température demande de remplir la cellule THT par l'échantillon à mesurer puis d'être placée elle-même dans le four. Le premier échantillon à avoir été testé en température a été l'APU10. Celui-ci avait été régulièrement caractérisée avec le banc de mesure moyenne température et permet donc de valider correctement le nouveau banc de mesure.

JUSQU'À 100°C

La série de mesure en température a été effectuée sur un échantillon d'1,8mm d'APU10 avec une mesure à 100°C. Les premiers résultats montrent une diminution de la permittivité jusqu'à 100°C (**Figure 104**). Au contraire la perméabilité (**Figure 105**) reste constante en fonction de la température.

Ce qui est important de noter, est l'instabilité au-delà de 6GHz. En effet la diminution de permittivité observée avant 6GHz disparaît au-delà. Ce résultat n'est pas cohérent. Cela montre que les points de mesure au-delà de 6GHz ne peuvent pas être considérés.

Les mesures en température ont été réalisées après une série de test de connexions et déconnexions pouvant induire un désalignement au moment de la mesure à 100°C.

Figure 104 Comparaison de mesure de la partie réelle de la permittivité de l'APU10 à 25°C (Courbe noire) et 100°C (Courbe rouge) avec la cellule THT.

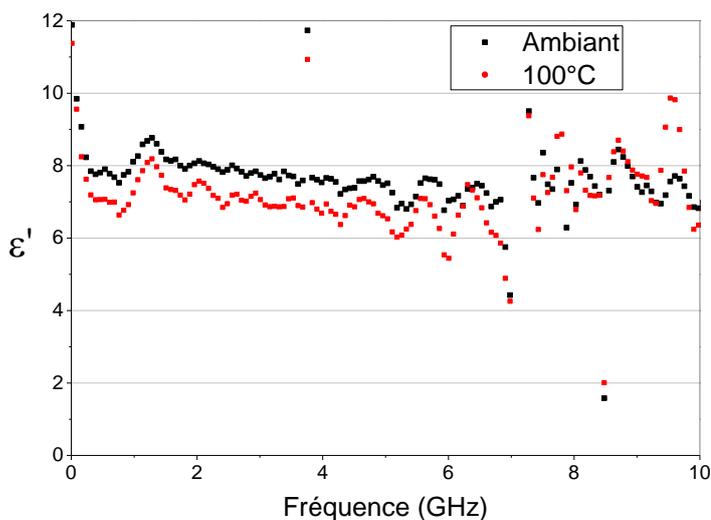
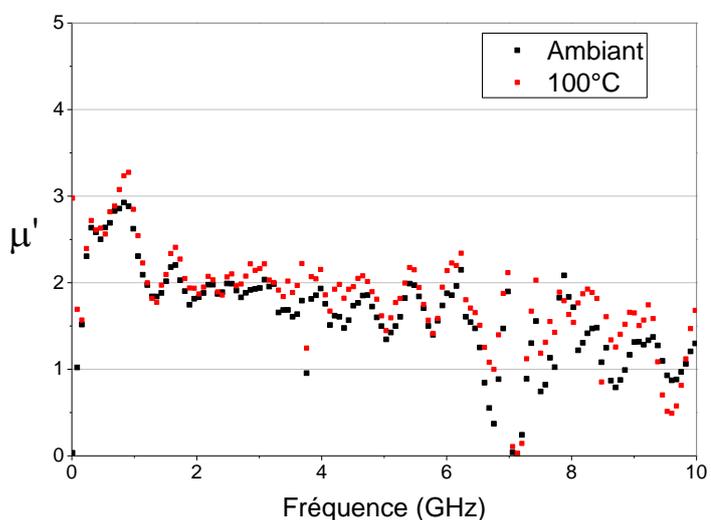


Figure 105 Comparaison de mesure de la partie réelle de la perméabilité de l'APU10 à 25°C (Courbe noire) et 100°C (Courbe rouge) avec la cellule THT.



Pour rappel l'APU10 est un matériau inconnu de la littérature. Les résultats ne peuvent donc être comparés précisément. En revanche, Les derniers résultats obtenus sur l'APU10 avec le banc moyenne température ont été obtenus jusqu'à 15GHz, pour des températures allant de 25°C à 85°C.

Nous avons donc comparé nos propres résultats obtenus avec les deux bancs de mesure. Les résultats du banc, moyenne température, utilisés sont ceux obtenus avec la cellule 7mm à 85°C.

Figure 106 Comparaison de mesure de la partie réelle de la permittivité de l'APU10 obtenue avec la nouvelle cellule THT à 100°C (Courbe noire) et la cellule 7mm à 85°C (Courbe rouge).

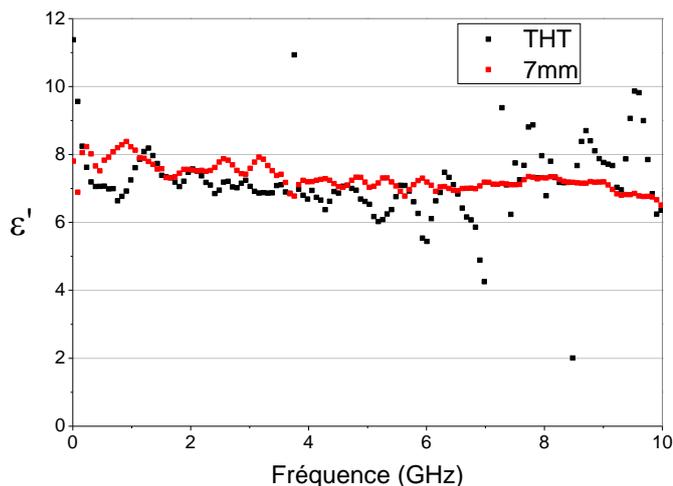
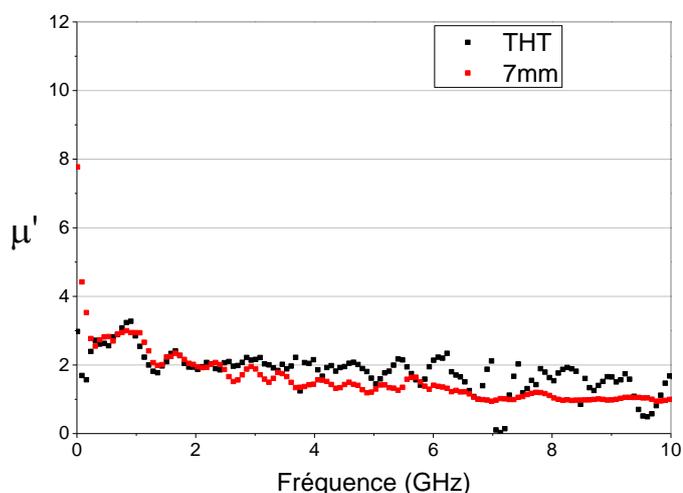


Figure 107 Comparaison de mesure de la partie réelle de la perméabilité de l'APU10 obtenue avec la nouvelle cellule THT à 100°C (Courbe noire) et la cellule 7mm à 85°C (Courbe rouge).



La comparaison des mesures (**Figure 106**) et (**Figure 107**) confirme notre avis sur les résultats au-delà de 6GHz. La mesure avec la cellule THT donne de mauvais résultats au-delà de 6GHz avec cet échantillon d'APU10. Cependant avant 6GHz, les résultats restent assez proches. Ceci montre que la mesure en température obtenue avec la cellule THT est cohérente. Pour rappel toutes les mesures faites avec le banc moyenne température ou le nouveau banc de mesure THT sur l'APU10 utilisent un échantillon de 1,8mm seulement. Comme expliqué dans le modèle d'erreur présenté dans cette thèse, plus un échantillon est petit et plus l'erreur augmente mais l'utilisation d'un échantillon plus grand génère des résonances. Il a donc fallu trouver un compromis. Le fait d'obtenir des résultats proches entre les deux bancs de mesure prouvent que le calibrage effectué est correct et que les plans de phase sont bien placés.

Figure 108 Images de la caméra thermique Optris 450



Même si la mesure de permittivité et de perméabilité coïncide avec celle du banc à moyenne température, il est important de vérifier le flux de température dans le connecteur mâle. En effet, on rappelle qu'au-delà de 85°C les connecteurs prévus pour les câbles de l'analyseur de réseau

pourraient se détériorer. Les nouveaux connecteurs que nous avons conçus sont placés à la suite de ceux-ci et ne doivent donc pas monter à des températures trop élevées grâce au nouveau système de connexion. Afin de vérifier cela, nous avons utilisé une caméra thermique Optris 450 de chez Optris (voir **Figure 108**). La température du connecteur mâle et du bout de la cellule a pu donc être mesurée avant (**Figure 109**) pendant (**Figure 110**) et après (**Figure 111**) la connexion des nouveaux systèmes.

Figure 109) la connexion des nouveaux systèmes.

Figure 109 Images thermiques du bout de la cellule de mesure et du nouveau connecteur alors qu'ils ne sont pas connectés, réalisée avec la caméra thermique Optris 450. La température interne du four est de 100°C.

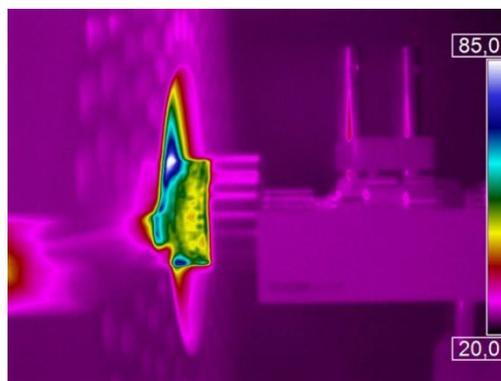


Figure 110 Images thermiques du bout de la cellule de mesure et du nouveau connecteur alors qu'ils sont connectés depuis 8s, réalisée avec la caméra thermique Optris 450. La température interne du four est de 100°C.

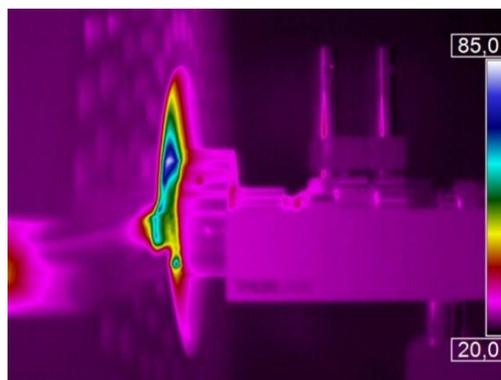
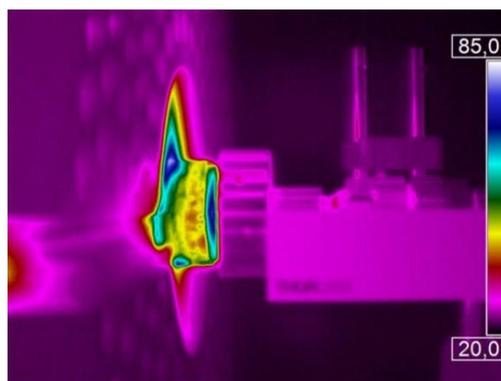


Figure 111 Images thermiques du bout de la cellule de mesure et du nouveau connecteur après la connexion et au bout 10s, réalisée avec la caméra thermique Optris 450. La température interne du four est de 100°C.



Les résultats obtenus par la caméra thermique montrent clairement que même après 8s de connexion les connecteurs restent à des températures très faibles. La propagation de la chaleur nécessitant un temps non négligeable, ce système permet bien de garder à l'abri des hautes températures le système relié à l'analyseur de réseau. Dans notre cas la durée de connexion de 8s peut être améliorée si besoin est en augmentant la vitesse de déplacement du système de positionnement mais surtout en diminuant le temps de mesure des paramètres S de l'analyseur de réseau.

LES LIMITES DU BANC DE MESURE

Après des mesures prometteuses entre 25°C et 100°C, des études plus poussées sur le banc de mesure ont été faites afin d'observer les limites de celui-ci. Pour cela la température de la cellule et donc de l'échantillon d'APU10 a été augmentée à 200°C. Comme précédemment une fois la température de 200°C atteinte, une mesure de permittivité et de perméabilité est effectuée avec le logiciel. Afin d'observer l'évolution des mesures, les valeurs sont également comparées aux mesures faites à 85°C avec la cellule 7mm.

Les mesures en température obtenues (voir **Figure 112** et **Figure 113**), montrent une tendance de la permittivité à diminuer avec la température. Cependant au-delà de 5GHz les mesures deviennent complètement instables. De plus en ce qui concerne la perméabilité, la mesure est difficilement considérable au vu des fortes ondulations de mesure. Nous supposons que toutes ces problématiques sont induites par une mauvaise connexion à ces températures.

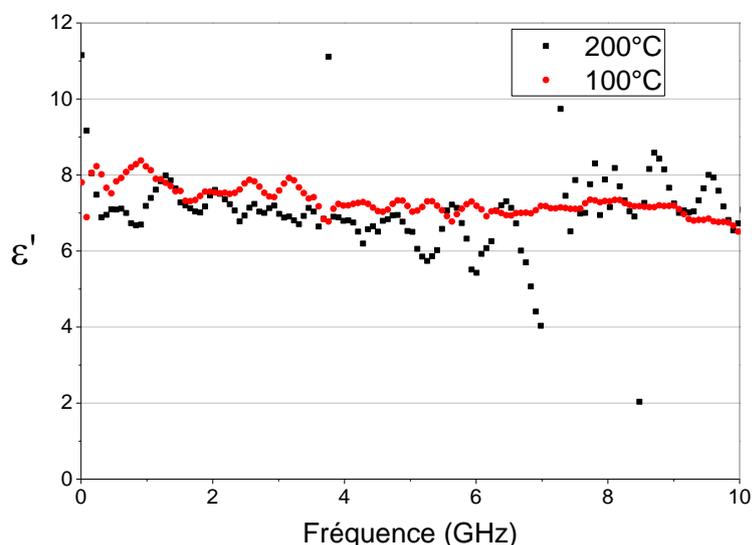


Figure 112 Mesure de la partie réelle de la perméabilité de l'APU10 à 200°C (Courbe noire) avec la nouvelle cellule et à 85°C (Courbe rouge) avec la cellule 7mm.

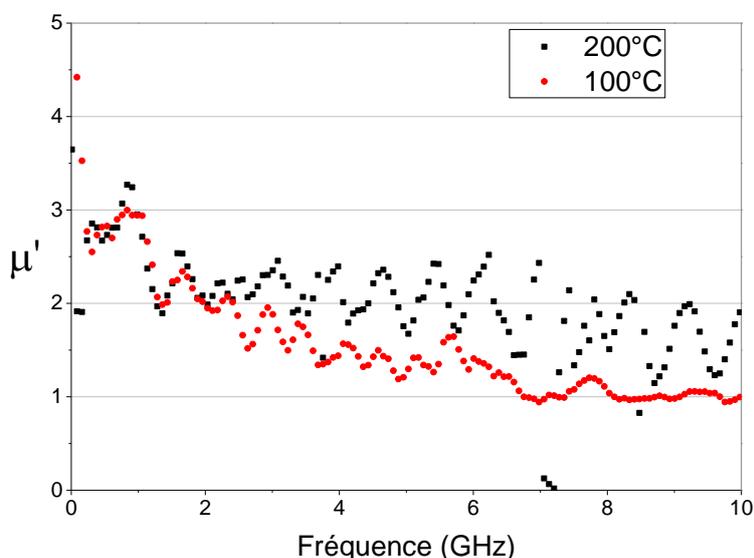


Figure 113 Mesure de la partie réelle de la permittivité de l'APU10 à 200°C (Courbe noire) avec la nouvelle cellule et à 85°C (Courbe rouge) avec la cellule 7mm.

Un deuxième problème qui s'est posé en essayant de continuer de monter la température de la cellule afin de voir si les composants utilisés allaient résister, a été la dégradation des rondelles de quartz permettant le maintien de l'âme centrale. Pour rappel ces rondelles avaient été collées dans la cellule. La colle a du probablement fondre et les rondelles se sont alors désalignées et cassées lors de la connexion des connecteurs. Il est possible que lors de la mesure à 200°C ces rondelles étaient déjà endommagées perturbant ainsi la mesure.

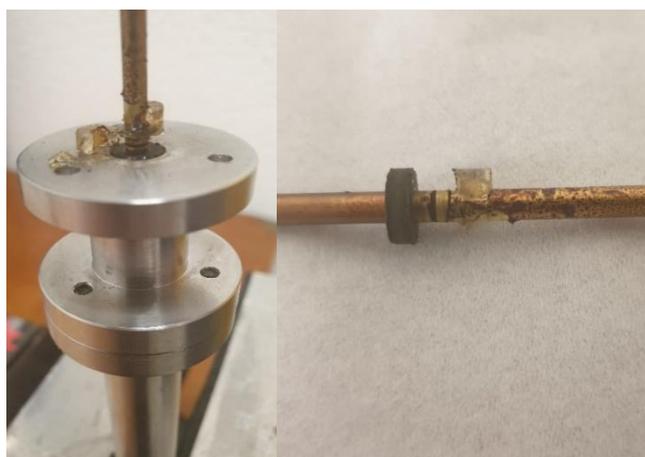
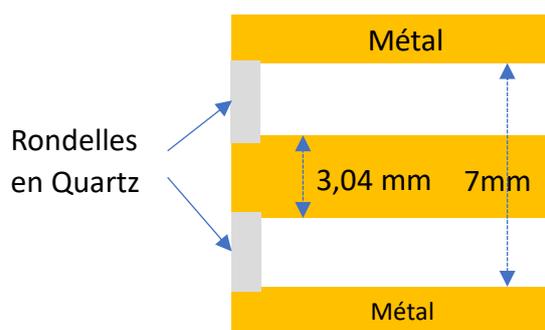


Figure 114 Photographie du porte échantillon et de l'âme centrale avec l'échantillon d'APU10 après une mesure à plus de 200°C.

Une solution à cette problématique de colle serait de fixer mécaniquement la rondelle dans la cellule THT. Il faudrait alors usiner la cellule à l'intérieur de façon à créer des petites gorges dans lesquelles viendraient se placer les rondelles de Quartz (voir **Figure 115** Erreur ! Source du renvoi introuvable.).

Figure 115 Schématique du positionnement d'une rondelle en Quartz dans la cellule THT.



d. Conclusion et perspectives

A l'heure actuelle, le nouveau banc de caractérisation de matériaux à très haute température, que nous avons réalisé lors de la thèse, permet de réaliser des mesures de permittivité et de perméabilité de matériaux solides. Seulement le banc de mesure n'est pas encore capable de mesurer les parties imaginaires du fait d'une incertitude de mesure trop élevée. Les premiers résultats ont été obtenus sur de l'APU10 ou encore du PEEK de quelques Mhz jusqu'à 6GHz tout en contrôlant la température du matériau de l'ambient jusqu'à 200°C.

Pour rappel le premier objectif de la réalisation du banc et de la présentation des premiers résultats était de démontrer la faisabilité du nouveau système de connexion et déconnexion. Ces

résultats nous ont montré que le principe était validé mais que certains paramètres devaient être mieux évalués afin de pouvoir utiliser tout le potentiel du banc de mesure. La bande de fréquence qui doit aujourd'hui monter jusqu' à 18GHz grâce aux dimensions de la cellule et la température de fonctionnement qui peut théoriquement monter à plus de 200°C sont des objectifs atteignables mais qui demandent certaines modifications du banc et de futures heures de manipulation.

Tout d'abord l'alignement des connecteurs avec la cellule doit être revu de façon à améliorer le contact et ainsi réduire la désadaptation observée. Le point clé de la mesure de permittivité à haute température, d'autant plus important à des fréquences élevées, est de rendre imperturbable ce contact au fur et à mesure des connexions. Il pourrait être envisagé d'utiliser des systèmes optiques afin de réaliser un alignement quasi parfait et peut-être optimiser le contact mécanique qui à l'heure actuelle est effectué par deux pièces métalliques. Dans cette optique, des systèmes de ventouses peuvent également être considérés, en vérifiant la tenue en température de ce type de système. En considérant un système de connexion et déconnexion presque parfait mais permettant de monter la température de la cellule la température souhaitée sans endommager les câbles de mesure reliés à l'analyseur de réseau, il est important de s'assurer que la cellule elle-même n'est pas limitée en température. Même si cet aspect a été très longuement étudié pendant la conception de ce banc de mesure, il s'est avéré qu'un des points problématiques du système de mesure était les rondelles de maintien de l'âme de la cellule coaxiale. En effet ces petites rondelles doivent absolument être fixes lors de la mesure mais également lors du calibrage de la cellule. Si jamais ces rondelles sont abîmées pendant ces dernières étapes la mesure sera faussée. De la colle a été utilisée afin de fixer ces rondelles et éviter de modifier la structure interne de la cellule. Cependant cette colle n'a pas résistée à de fortes montées en température. Par la suite, il sera donc nécessaire de les maintenir mécaniquement.

Finalement ces résultats sont une 1ère approche vers le banc final et ont permis de démontrer la faisabilité d'un nouveau système qui pourra peut-être permettre de régler les problématiques inévitables de la caractérisation de matériaux en température.

3. Mesures très basses températures

a. Introduction et applications

L'orientation initiale de ce projet de thèse était l'étude de nouveaux systèmes de caractérisations électromagnétiques de matériaux pour l'exploration des dispersions des grandeurs diélectriques et magnétiques en fonction de la température bien plus élevée que la température ambiante. Cependant, les résultats étant présentés dans des articles ou lors de conférences, nous avons été abordés par des chercheurs pour explorer les températures négatives. Cette problématique n'était pas simple à aborder du fait même que les bancs de mesure jusqu'alors mis en place devenaient caduques pour ces nouvelles études. Pour répondre aux besoins exprimés, nous avons été amenés à mettre en place des nouveaux protocoles de mesure utilisant nos cellules de mesure et des moyens de réfrigérations, voire de congélation.

Avant de poursuivre, précisons le contexte qui nous a amené à ces travaux. Aujourd'hui la connaissance des zones polaires et/ou glacières devient un enjeu majeur. En effet, de plus en plus de travaux de profilométries de ces zones sont réalisés grâce à des techniques comme le GPR pour des applications comme l'étude de l'évolution de couches de neige transportées par des flux de glaces vers d'autres glaciers [83] ou encore la recherche de lacs d'eaux pures isolés (ex : Lac de Vostok) du reste du monde depuis des millions d'années et pouvant accueillir des

micro-organismes [84], [85]. On retrouve également beaucoup de travaux d'investigations dans le domaine de l'astrophysique associées aux explorations spatiales [86]–[89].

Quel que soit l'application les mesures de cartographies des profils de glaces obtenues grâce à des techniques comme le GPR sont corrélées nécessite la connaissance la plus précise possible des grandeurs électromagnétiques des différents matériaux, et dans ce cas précis, tous les types de glaces. Dans la littérature, certains bancs de caractérisation de matériaux très basses températures [90], [91] ont été développés. Ce genre de mesure nécessite des techniques permettant la détermination de la partie réelle de la permittivité la plus précise possible et surtout sur de larges bandes de fréquence. Dans ce contexte nous avons développé un protocole de mesure afin de caractériser des matériaux de -40°C jusqu'à la température ambiante. A partir du banc de caractérisation de matériau classique basé sur la cellule coaxiale 13mm (voir **Figure 25**), nous avons développé une procédure et des outils permettant de descendre à des températures extrêmement basses. Dans la suite, nous présentons le protocole de mesure et les résultats obtenus. Ces résultats mettent en évidence une validation du moyen de mesure proposé.

b. Méthode de mesure

Ces travaux ont fait l'objet d'une collaboration avec l'USC-JPL représenté par le Dr Essam Heggy et la Dr Elizabeth Palmer. L'objectif principal était l'étude de glaces des couches internes et profondes de la banquise. Mais avant d'étudier les matériaux issus des carottages, nous avons dû qualifier notre protocole sur des glaces d'eau pure qui sont relativement bien connues [78]. Du fait que des articles sont en préparation sur les matériaux issus de la calotte glacière, ils ne sont pas présentés dans ce manuscrit. Nous nous bornons à des résultats relatifs à la validation de notre système et du protocole associé.

Dans l'objectif de caractériser des liquides et dans notre cas de l'eau, l'utilisation de la cellule 13mm utilisant le système de porte échantillon était nécessaire. Pour rappel ce système permet de cloisonner un échantillon dans un porte échantillon de 24mm donnant accès à un volume effectif de $2,6\text{cm}^3$. Comme expliqué, nous avons réalisé des mesures de validation du banc de mesure sur de l'eau pure. Afin d'optimiser au mieux la mesure basse température nous avons suivi un protocole très strict :

- Remplir le porte échantillon d'eau pure sans le fermer.

Cette étape permet de laisser l'eau se transformer en glace. En effet si le porte échantillon est fermé, l'eau sera alors emprisonnée sans air disponible et la pression diminuera sans que la glace puisse se former.

- Placer le porte échantillon dans un congélateur.

L'échantillon a ensuite été placé dans un congélateur à -80°C (*VIP series*) de façon à geler l'échantillon d'eau pure.

- Lissage du surplus de glace et confinement de l'échantillon.

Une fois l'échantillon gelé, il est nécessaire de supprimer le surplus de glace présent en dehors du porte échantillon. Le gel de l'eau génère une augmentation du volume et il faut donc supprimer le surplus de glace afin de refermer le porte échantillon.

- Remise au congélateur

Une fois le porte échantillon préparé, celui-ci est ensuite placé dans la cellule de mesure complète et le tout est remis au congélateur. Les connecteurs déjà présents sur la cellule sont donc également congelés mais ceux-ci sont protégés à l'aide de plastiques.

- Mesure de la cellule

Enfin la cellule est sortie du congélateur et connectée aux câbles de l'analyseur de réseau. La cellule est placée dans une enceinte en polystyrène de façon à isoler celle-ci thermiquement (**Figure 116**) et ainsi ralentir le réchauffement de l'échantillon. A noter que les plastiques protégeant les connecteurs permettent d'éviter la condensation et ainsi de favoriser un bon contact avec les connecteurs de l'analyseur de réseau. La température est mesurée avec une sonde en température à pointe placée au contact du porte échantillon (**Figure 117**).



Figure 116 Banc de mesure complet pour les très basses températures.

De la même façon que le banc moyenne température, la permittivité est alors calculée grâce à l'ordinateur relié à l'analyseur de réseau. Chaque valeur de permittivité mesurée est ensuite associée à une valeur de température mesurée par la sonde manuellement.

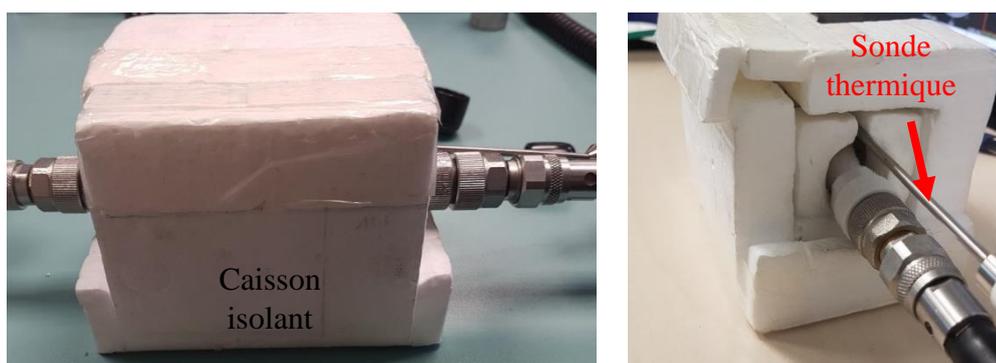


Figure 117 Image de la cellule de mesure 13mm dans son caisson thermique.

La variation en température du système est obtenue par l'autorégulation de la température globale avec la température ambiante. On obtient donc des mesures de permittivité à des intervalles de temps donné en prenant en considération la mesure de température obtenue par la sonde thermique. Cependant cette sonde n'étant pas relié au logiciel de calcul, la corrélation temps/température est manuelle.

c. Résultats

Afin de démontrer l'efficacité de cet outil de mesure. Nous avons réalisé une série de mesure sur de l'eau douce.

Afin de simplifier les comparaisons, les résultats sont montrés à 400MHz. Les variations de permittivité ont été observées entre -40°C et 10°C sur 19 points de mesure. Les résultats obtenus (**Figure 118** et **Figure 119**) montrent clairement l'évolution de la permittivité en fonction de la température avec la phase de fonte de glace caractérisée par une montée de la valeur de la permittivité.

Ce que l'on observe dans ces résultats est la faible valeur de la partie réelle de la permittivité, comprise entre 3 et 4 contrairement à celle de l'eau (environ 80). Ces résultats confirment la fonction du banc de mesure et les valide. De plus à partir de -4°C environ la permittivité augmente globalement et cela très fortement pour la partie réelle. C'est le début de la fonte de la glace. Enfin la permittivité monte jusqu'à 80 environ qui est la permittivité de l'eau dans son état liquide.

La partie imaginaire à le même comportement mais pour des températures plus élevées. Ce phénomène est dû au fait que les mesures sont trop faibles et augmentent ainsi fortement l'erreur.

Figure 118 Mesure de la partie réelle de la permittivité de l'eau en fonction de la température à 400MHz.

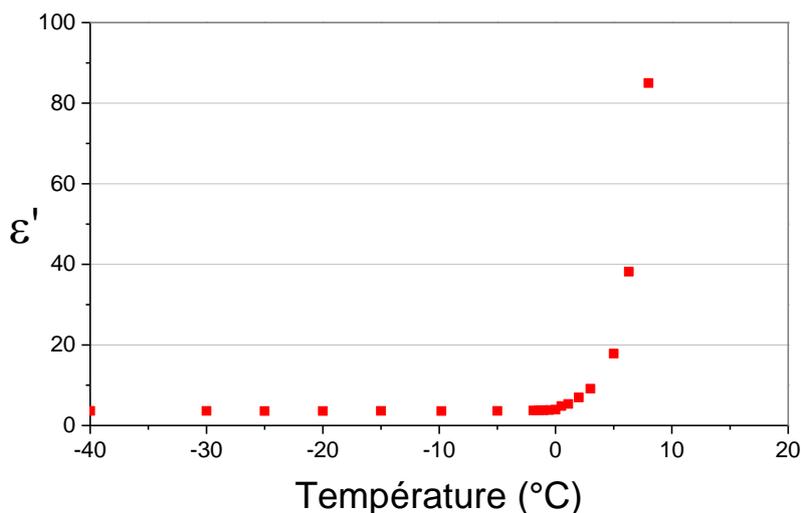
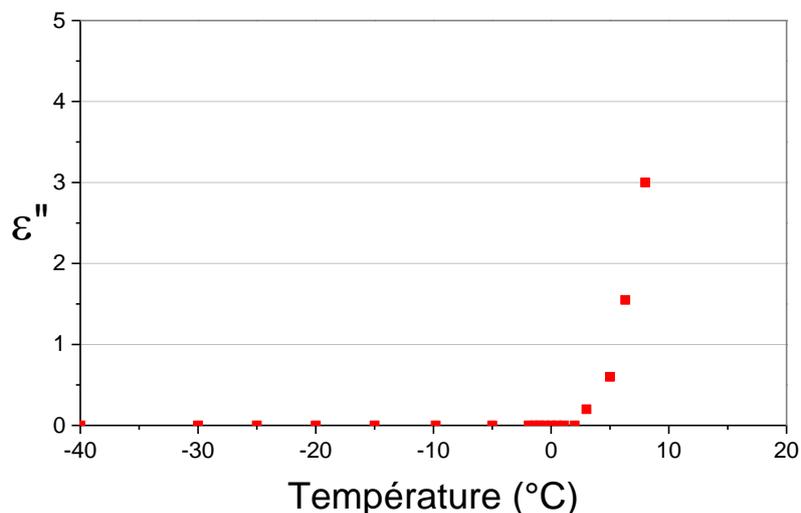
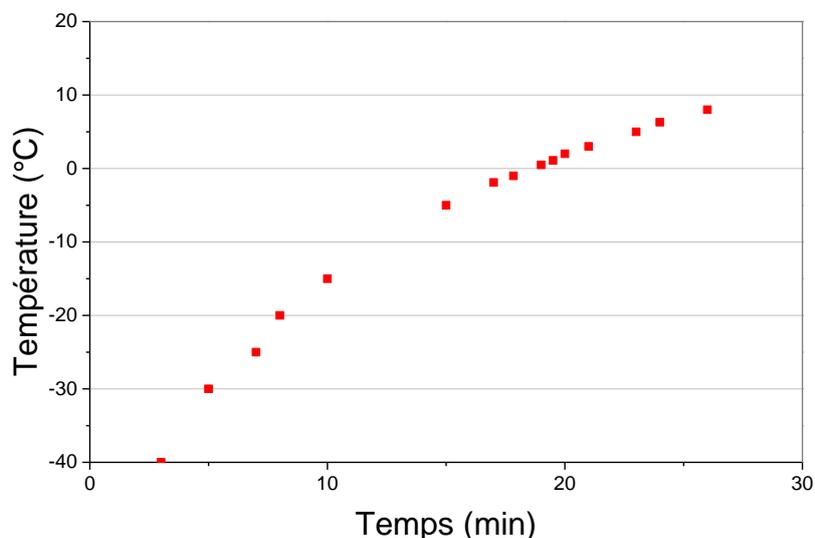


Figure 119 Mesure de la partie imaginaire de la permittivité de l'eau en fonction de la température à 400MHz.



Pour rappel la température est mesurée au plus près de l'échantillon mais pas à l'intérieur de l'échantillon. En revanche à chaque mesure est associée un temps permettant d'observer l'évolution de cette température en fonction du temps (voir **Figure 120**).

Figure 120 Mesure de la température de la cellule coaxiale 13mm en fonction du temps entre -40°C et 10°C.



Contrairement à la mesure de température, l'intervalle de temps obtenu entre chaque mesure est précis et permet de reproduire dans le cas de prochaines séries de mesure, la même configuration. De façon plus claire, il est ainsi possible de caractériser la fonte d'une glace en mesurant la permittivité en fonction du temps plutôt qu'en fonction de la température. Dans les deux cas la variation du taux de sels qui peut différencier deux types de glaces, donne lieu à des variations de fontes dans le temps.

Ces derniers résultats montrent la possibilité de caractériser des matériaux quels qu'ils soient à des températures très basses. Nous avons testé ce banc de mesure sur un liquide mais il est également possible de le faire sur des solides ou des poudres grâce au porte échantillon de la cellule 13mm.

d. Conclusion et perspectives

Contrairement à la caractérisation électromagnétique de matériaux au-delà de la température ambiante, il est très difficile de contrôler la température pour des valeurs négatives. En effet il n'existe pas de système de chambre froide compacte et pilotable de façon à contrôler au mieux la température d'une cellule de mesure. De plus, contrairement au banc de mesure THT que nous avons développé, l'utilisation d'un système de connexion temporaire serait impossible à réaliser du fait de la condensation présente.

Ces problématiques font que malgré la difficulté de mesure à très basses température notre banc de mesure reste une solution viable à l'heure actuelle. Les premières mesures obtenues sur de l'eau pure confirment la viabilité du protocole de mesure proposé.

L'état actuel de ce nouveau banc de mesure ne permet pas encore un contrôle très précis de la température, d'autant plus que contrairement aux mesures à plus haute température il est impossible d'attendre que la température se stabilise. Cette problématique reste un point à approfondir dans des prochains travaux. Enfin, dans le cas de l'eau, la fonte de la glace génère une diminution du volume de l'eau générant un gap d'air au sein du porte échantillon. Dans le cas de matériaux liquides ceci peut poser un problème.

4. Conclusion

De nos jours, la caractérisation de matériaux en température est encore peu développée dans le domaine de la recherche et est inexistante en industrie. Ces dernières années la prise en compte de la température dans l'estimation des valeurs de permittivité et même de perméabilité est devenue inévitable. Dans ce contexte, nous avons cherché à réaliser un ou plusieurs moyens de caractérisation de matériaux en température pouvant être utiles pour un large panel d'applications. Les solutions proposées ont été développées sur la base d'une technique en ligne de transmission coaxiale permettant d'avoir une large bande de fréquence. La plage de températures cible à couvrir était donnée pour $-40^{\circ}\text{C}/300^{\circ}\text{C}$. Nous avons alors cherché des solutions techniques et technologiques permettant d'atteindre ces valeurs de températures. Pour cela nous avons divisé le problème en 3 parties. La première partie concerne la mise en température d'un système entre la température ambiante et 85°C . La deuxième concerne les températures très hautes, soit jusqu'à 300°C . Enfin la dernière partie permet l'étude de matériaux très basse température, jusqu'à -40°C .

La première solution proposée et validée a été un dispositif de régulation de température basée sur une bague chauffante et un régulateur PID adaptable sur une cellule coaxiale 13mm ou 7mm préalablement validée dans la mesure de permittivité et de perméabilité. La combinaison de ces deux moyens a été étudiée de façon à déterminer les possibilités de mesure en température, les interférences entre la mise en température et la mesure hyperfréquence ainsi que les limites de températures du banc de mesure complet. Finalement, ce prototype a donné des résultats très satisfaisants qui valident des résultats prometteurs entre la température ambiante et 85°C . Ce système a permis de mettre en évidence les différentes problématiques de la mise en température d'un système de caractérisation électromagnétique de matériaux du même type. La problématique principale soulignée dans cette partie fut la limite de température maximale du système de mesure. Cette limite est induite par la température maximale de fonctionnement des connecteurs servant de transition entre la cellule coaxiale de mesure et les câbles de l'analyseur de réseau.

Les limites en températures observées avec le premier banc de mesure, nous ont amené à réfléchir sur la conception d'un tout nouveau système de connexion entre la cellule et les câbles de l'analyseur de réseau. Ce système se base sur une connexion temporaire permettant l'isolement de système relié à l'analyseur de réseau lors d'une phase de chauffage. Sur ce principe nous avons conçu tout un banc de mesure de caractérisation de matériaux en température avec une nouvelle cellule adaptée à des températures élevées ainsi qu'un nouveau système de connexion. Nous avons pu valider le système en termes de répétabilité et montrer les premiers résultats de mesure en température ambiante. Certaines problématiques émergentes avec ce nouveau banc ont été soulignées, telles que le besoin d'un alignement parfait.

Pour finir, nous avons proposé un nouveau système, adaptable à nos cellules coaxiales de mesure comme la cellule 13mm, permettant d'obtenir des mesures dans les températures négatives. Même si cette application était en dehors des applications principales de la thèse, certaines rencontres lors de conférences nous ont amené à s'y attarder. Notre prototype est encore en phase de consolidation puisqu'il ne permet pas à l'heure actuelle de contrôler la température interne de l'échantillon, mais les premiers résultats obtenus montrent la cohérence du protocole de mesure choisi.

Enfin, l'ensemble du système donne accès aux caractérisations de matériaux en tout genre et cela pour des fréquences allant de quelques MHz à 10GHz et même 18GHz pour des matériaux solides. Ils ont permis un grand nombre de publications notamment lors de conférences et donnent la possibilité d'une grande amélioration.

CONCLUSION

L'étude de l'interaction entre une onde électromagnétique et un matériau nécessite obligatoirement de connaître avec précision les valeurs des grandeurs électromagnétiques de ce matériau ! Ces grandeurs sont entre autres, la permittivité diélectrique et la perméabilité magnétique correspondant respectivement à la réponse d'un champ électrique et magnétique. Ces grandeurs électromagnétiques peuvent être corrélées à des variations de grandeurs physiques extérieures aux matériaux telles que la fréquence de l'onde électromagnétique d'illumination, la pression, l'humidité, ou bien encore la température, *etc...* Dans le cas de notre projet, nous nous sommes plus particulièrement intéressés à l'impact d'une variation de température du milieu sur ces propriétés électromagnétiques des matériaux. Cette grandeur, la température, a été choisie pour répondre à la demande de la **Direction Généralement de l'Armement** (cofinancier de cette étude) pour qui, il est important de connaître la dépendance de la permittivité et de la perméabilité des matériaux notamment des radômes, mais aussi des matériaux qui recouvrent les avions. D'autres applications civiles potentielles ont été aussi identifiées notamment avec des géologues qui étudient le comportement de certains volcans. En effet, pour utiliser des radars GPR dans des matériaux à proximité des zones présentant une activité sismique et/ou volcanique, la température des milieux étudiés reste un paramètre difficile à modéliser. Dans ces conditions les bancs développés dans ce travail de recherches, ont des débouchés applicatifs militaires mais aussi civils.

Afin de répondre à cette problématique nous avons mis en place pendant cette thèse des systèmes basés sur des cellules de mesure coaxiales. Le choix de ces cellules a été fait afin d'obtenir une large bande de fréquence sur les mesures de permittivité et de perméabilité. De plus concernant le moyen de chauffage nous avons opté pour des systèmes simples à mettre en œuvre et adaptables facilement aux cellules de mesure coaxiales. Avant de concevoir des systèmes de mesure en température nous avons développé des outils numériques afin d'améliorer la caractérisation électromagnétique de matériaux. En effet, il est nécessaire d'optimiser au mieux la mesure de permittivité et de perméabilité avant d'associer une variation de ces valeurs à une variation d'une autre propriété physique.

La mesure de permittivité et de perméabilité peut se diviser en deux parties. La première, est la détermination de la matrice S de l'échantillon à mesurer et la deuxième, est le calcul des propriétés électromagnétiques à partir de cette matrice. Dans le cas de l'utilisation de cellules coaxiales classiques la détermination d'une matrice d'un échantillon se fait par un procédé de « *de-embedding* ». Cependant l'utilisation de la cellule présentant un diamètre extérieur égal à 13mm et qui possède une géométrie variable sur toute sa longueur nous a amené à développer un nouveau modèle théorique. En effet la géométrie complexe de la cellule générait des désadaptations plus ou moins importantes une fois la cellule usinée. Ce modèle a eu pour but d'améliorer les mesures pour des matériaux de permittivité assez faible (proche de 1). Nous avons pu montrer lors de ces travaux que cette technique n'était pas forcément nécessaire lorsque les matériaux possédaient une forte valeur de permittivité puisque les désadaptations devenaient alors négligeables. Ensuite la détermination des caractéristiques électromagnétiques peut se faire de plusieurs manières. Des solutions directes et d'autres indirectes (calcul itératif) sont régulièrement utilisées. Cependant nous nous sommes concentrés sur les solutions directes plus simples à mettre en œuvre. Pour rappel l'objectif de nos travaux était de réaliser des mesures sur de larges bandes de fréquences. Les premières limites en fréquence sont amenées par les modes de propagation des guides utilisés et dépendent ainsi de la géométrie même de la

cellule. Cependant la méthode numérique utilisée dans la détermination de la permittivité et de la perméabilité générait certains problèmes numériques avant la fréquence maximale d'utilisation de la cellule. Cette technique de mesure, nommée méthode de Nicholson-Ross et Weir a été longuement étudiée lors de cette thèse. Nous avons pu démontrer qu'à certaines valeurs de fréquences et ce, dû à la géométrie et aux caractéristiques de l'échantillon des erreurs numériques apparaissaient. Nous avons ainsi proposé un modèle numérique permettant de corriger ces erreurs en analysant le problème physique et en le corrélant au problème mathématique. En revanche un problème est resté existant à la fin des travaux, l'effet Fabry-Pérot. En effet, cet effet que l'on retrouve très souvent dans le domaine de l'optique mais également en hyperfréquence apparaît continuellement dans nos mesures et s'avère très difficile à corriger. Pour cela nous avons proposé deux solutions, une fonctionnant avec les matériaux diélectriques et une fonctionnant pour tous les types de matériaux. L'amélioration des ces deux dernières méthodes nous a permis d'agrandir le champ des possibilités de mesure mais surtout d'améliorer notre connaissance vis-à-vis de la caractérisation de matériaux en cellule coaxiale. La dernière étape dans l'optimisation des mesures hyperfréquences a été l'estimation des incertitudes de mesure. Dans notre cas, nous avons considéré une mesure en cellule coaxiale et précisément, la cellule 13mm. L'objectif de ces travaux a été de mettre en évidence les sources d'erreurs prépondérantes lors d'une mesure avec une cellule coaxiale. En découpant chaque partie du calcul, nous avons pu introduire toutes les sources d'erreurs que nous pensions impactantes pour la mesure telle que la détermination de toutes les longueurs électriques nécessaire au calcul de permittivité et de perméabilité. Nous avons mis en évidence le fait que ces longueurs électriques étaient un point clé pour obtenir des mesures précises. En effet que cela soit pour le « *de-embedding* » ou pour le calcul de permittivité et de perméabilité, il est nécessaire d'obtenir des longueurs électriques qui peuvent être mesurées manuellement ou à l'aide de mesures hyperfréquences. L'erreur induite par ces mesures peut alors fortement impacter l'erreur relative de la permittivité et de la perméabilité si ces mesures sont peu précises. Enfin dans les cas où l'échantillon est très grand cela diminue fortement l'impact de ces erreurs et on peut donc considérer que l'erreur principale est une erreur statique donnée par le calibrage de l'analyseur de réseau.

Suite à ces modifications théoriques permettant l'amélioration des mesures de permittivité et de perméabilité nous avons développé des moyens de mise en température de systèmes de caractérisation de matériaux voire même des systèmes complets incluant les deux. L'objectif principal de ces travaux était de couvrir une zone de températures allant de -40°C à 300°C . Pour répondre à cet objectif nous avons divisé cette zone en trois parties. La première et la plus simple à mettre en œuvre a été la mise en température de cellules coaxiales permettant la caractérisation de matériaux sur de larges bandes de fréquences à travers un système de bague chauffante thermo-régulée. La plage de température de cette partie est la température ambiante jusqu'à 85°C . Cette limite maximale correspond à la limite de fonctionnement des connecteurs des câbles de l'analyseur de réseau utilisé pour la connexion aux cellules coaxiales et la limite minimale correspond à l'interface entre un système de chauffage et de refroidissement. Les cellules utilisées sont les cellules 13 mm et 7 mm qui possèdent chacune des avantages et des inconvénients. La combinaison des deux permet de caractériser tous types de matériaux jusqu'à 10GHz et d'étudier les matériaux solides jusqu'à 20GHz. La solution de l'ajout d'un système de thermorégulation a été faite grâce à un système fermé géré par un régulateur PID, une bague de chauffage et une sonde de température. La simplicité d'utilisation du système et l'adaptabilité sur les deux cellules de mesure permet à tout utilisateur des cellules coaxiales 13mm et 7mm d'ajouter ce système de thermorégulation afin de contrôler la température de

l'échantillon. Nous avons pu valider et démontrer la faisabilité du système de mesure en température sur différents matériaux tels que des alcools ou des solides et plus particulièrement des matériaux d'intérêt magnéto-diélectrique. La deuxième partie de la zone de température ciblée, correspond aux très hautes températures, 85°C à 300°C. Dans cette partie, la limite de fonctionnement des connecteurs a fait l'objet d'une réflexion sur un tout nouveau système de mesure de caractéristiques électromagnétiques de matériaux en température permettant de limiter le transfert thermique dans le banc de mesure complet afin de pallier à la température maximale des connecteurs de cellules (85°C). Pour cela nous avons proposé une solution de remplacement de ces connecteurs par un système de connexion temporaire permettant d'isoler la cellule de mesure thermo-régulée du système de mesure hyperfréquence (Câbles et analyseur de réseau). Le design de ces connecteurs nous a amené à la réalisation d'une nouvelle cellule de mesure basée sur la géométrie d'une cellule 7mm pour garder une large bande de fréquence. De plus la montée vers les très hautes températures s'effectue maintenant grâce à un four tubulaire permettant d'homogénéiser la température au sein de la cellule et cela jusqu'à près de 1000°C. La conception de la nouvelle cellule a été pensée de façon à fonctionner jusqu'à 300°C et permettre la caractérisation de matériaux solides jusqu'à 18GHz. A l'heure actuelle, le banc de mesure a été assemblé, testé et validé sur des matériaux solides tels que des échantillons de PEEK ou de SIEPEL APU10 à température ambiante et ce jusqu'à 10GHz. En ce qui concerne les températures plus élevées, les mesures ont été réalisées jusqu'à 200°C et nécessite encore une série de manipulation et d'étalonnage avant une validation complète du banc en température. Certains problèmes issus de la conception de la cellule restent encore à corriger afin de finaliser la montée en température. La mesure en fréquence est pour l'instant stable jusqu'à seulement 10GHz mais après une amélioration du mécanisme de connexion temporaire cette fréquence pourrait être augmentée.

Enfin en ce qui concerne les basses températures, nous avons pu développer un protocole de mesure afin de caractériser des matériaux en tout genre jusqu'à -40°C. Ce banc en température est basé sur le banc de caractérisation de matériaux utilisant la cellule 13mm et la mise en place d'une série d'action permettant la congélation du matériau avant la mesure. Dans le cadre d'une collaboration avec le JPL de l'Université de Californie du Sud (USC-JPL) nous avons réalisé des mesures sur des eaux salées à des températures fortement négatives. Afin de ne pas divulguer les résultats avant qu'ils soient publiés, seuls des résultats obtenus sur de l'eau pure sont présentés dans ce manuscrit de thèse. Cependant, ils permettent néanmoins de valider le protocole de mesure. En effet ces résultats ont permis de valider les mesures en températures de la permittivité. Cependant des travaux supplémentaires pourraient être explorés de manière à améliorer la gestion de la température dans l'échantillon qui ne régit pour l'instant que la loi de la thermodynamique en étant modulé par la température ambiante de l'environnement de mesure.

Les travaux effectués durant la thèse ont permis d'utiliser les techniques, d'une manière assez poussée, de caractérisation électromagnétique de matériaux à travers des systèmes de transmission/réflexion à l'aide d'une structure de propagation coaxiale. Du principe théorique de la détermination de la permittivité et de la perméabilité jusqu'à la réalisation d'un banc complet de caractérisation de matériaux en température, nous avons pu étudier les différentes problématiques et solutions dans chacun des cas. Au final, trois bancs de mesure intégrant le paramètre température comme variable d'étude, ont été développés dont un mettant en œuvre une nouvelle technologie de connexion/déconnexion innovante.

LISTE DE PUBLICATIONS

Articles de journaux, RICL

A. L. Neves, L. Leroi, Z. Raolison, N. Cochinaire, **T. Letertre** et al., *Compressed perovskite aqueous mixtures near their phase transitions show very high permittivities: New prospects for high-field MRI dielectric shimming*, *Magnetic Resonance in Medicine*, vol. 79, n° 3, p. 1753-1765, 2018. **doi: 10.1002/mrm.26771**

T. Letertre, P. Pouliguen, and P. Sabouroux, *Electromagnetic Characteristics Measurement Setup at Variable Temperatures Using a Coaxial Cell*, *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2019, Article ID 3646979, 7 pages, 2019. **doi: 10.1155/2019/3646979**.

Articles de conférences

T. Letertre, A.L. Neves, M.W. Ben Ayoub, E. Geogin, P.Sabouroux. *Système de mesure en ligne coaxiale pour l'étude de la corrélation Permittivité / Température*, JNM, Saint-Malo, 2017, France.

A.L. Neves, **T. Letertre**, N. Cochinaire, P.Sabouroux. *Applications Biomédicales de la Mesure de Permittivité en Ligne de Propagation*, JNM, Saint-Malo, 2017, France.

T. Letertre, P. Pouliguen, P. Sabouroux. *Studies of the behavior of the permittivity in microwave region of solid materials according to the temperature variation*, Oral, MMS, Marseille, 2017, France, **doi: 10.1109/MMS.2017.8497145**.

T. Letertre, P. Pouliguen, P. Sabouroux. *Etude du comportement de la permittivité des matériaux solides en fonction de la variation de la température dans le domaine des micro-ondes*, GDR Ondes, Nice, 2017, France.

T. Letertre, P. Pouliguen, P. Sabouroux. *Approche du paramètre de contrainte de température dans la caractérisation électromagnétique de matériaux en ligne coaxiale*, Poster, JCMM, Paris, 2018, France.

A. L. Neves, **T. Letertre**, P. Sabouroux et al, *Comparison Between Coaxial Transmission Line Methods by Measurement of Porous Clay Samples of Varying Moisture Content*, ISEMA, Lublin, 2018, Pologne, **doi: 10.1109/ISEMA.2018.8442288**

T. Letertre, M.W. Ben Ayoub, E. Geogin, A.L. Neves, P. Pouliguen, P. Sabouroux. *Influence of the temperature in a Water/Clay Mixture*, ISEMA, Lublin, 2018, Pologne, **doi: 10.1109/ISEMA.2018.8442294**.

T. Letertre, P. Pouliguen, C. Jegou, P. Sabouroux. *Permittivity and permeability, frequency and Temperature Wideband measurement setup*, CAMA, Västerås, 2018 Suède, **doi: 10.1109/CAMA.2018.8530487**.

T. Letertre, P. Pouliguen, P. Sabouroux. *Impact of temperature rise on radome materials*, ISL Saint-Louis, 2019, France.

Sabouroux, **T. Letertre**, A.L. Neves, C. Poirier. *Development of a temperature control system for waveguide electromagnetic measurement of dry and humid clays based materials*, EGU Viennes, 2019, Autriche.

T. Letertre, C. Jegou, P. Pouliguen, P. Sabouroux. *Nouveau système de mesure de permittivité et de perméabilité en ligne coaxiale en fonction de la température*, JNM, Caen, 2019 France.

T. Letertre, C. Jegou, P. Pouliguen, P. Sabouroux. *A new solution of permittivity and permeability measurement system with temperature variation*, MetaNano, St-Petersbourg, 2019, Russie.

ANNEXES

Annexe 1 : Méthode de Newton Raphson

```

function [ x,F,niter,err] = newtonsys( Ffun,Jfun,x0,tol,nmax)
niter = 0; err = tol+1e-5; x=x0;h=complex(1e-10,1e-10);
while (err>=tol && niter <nmax && err <1000 )
    J = feval(Jfun,x);
    J2 = CalcDerive(Ffun,x,h)
    F = feval(Ffun,x);
    delta2 = -geninv(J2)*F;
    delta = -J\F;
    x=x+delta2;
    err=norm(delta);
    niter = niter+1;
end
F = norm(feval(Ffun,x));
if(niter==nmax & err>tol)
    fprintf(['Pas de convergence dans le nombre',...
            ' d''iterations imparti\n ']);
else
    fprintf(['La méthode a convergée à l''itération ',...
            '%i avec un résidu %e\n'],niter,F);
end
return

```

Méthode Newton-Raphson réalisée dans en langage Matlab.

```

function Y = geninv(G)
% Returns the Moore-Penrose inverse of the argument
% Transpose if m < n
[m,n]=size(G); transpose=false;
if m<n
    transpose=true;
    A=G*G';

```

```
n=m;
else
    A=G'*G;
end
% Full rank Cholesky factorization of A
dA=diag(A); tol= min(dA(dA>0))*1e-9;
L=zeros(size(A));
r=0;
for k=1:n
    r=r+1;
    L(k:n,r)=A(k:n,k)-L(k:n,1:(r-1))*L(k,1:(r-1))';
    % Note: for r=1, the subtracted vector is zero
    if L(k,r)>tol
        L(k,r)=sqrt(L(k,r));
        if k<n
            L((k+1):n,r)=L((k+1):n,r)/L(k,r);
        end
    else
        r=r-1;
    end
end
L=L(:,1:r);
% Computation of the generalized inverse of G
M=inv(L'*L);
if transpose
    Y=G'*L*M*M*L';
else
    Y=L*M*M*L'*G';
end
```

Méthode de Pseudo-Inversion de Moore-Penrose réalisée dans en langage Matlab.

Annexe 2 : Calibrage TRL

```

def RunTRL(path, MesPath) :
    #Load the uncalibrated S-parameters
    trl_thru = skrf.Network(MesPath+'/Thru.s2p')
    trl_line = skrf.Network(MesPath+'/'line.s2p')
    trl_line2 = skrf.Network(MesPath+'/'line2.s2p')
    trl_open1 = skrf.Network(MesPath+'/'Reflect.s2p')
    trl_open2 = skrf.Network(MesPath+'/'Reflect.s2p')
    #Assemble the two reflection measurements into same network
    trl_open = skrf.two_port_reflect(trl_open1.s11, trl_open2.s22)

    measured = [trl_thru, trl_open]
    measured.append(trl_line)
    measured.append(trl_line2)

    cal_trl = skrf.NISTMultilineTRL(
        measured = measured,
        Grefls = [-1], #Estimate of the reflection coefficient
        er_est = np.complex(2,0), #Estimated effective permittivity
        l = [0,40e-3,24e-3], #Line lengths
        gamma_root_choice = 'real', #Assumes that lines are lossy
        #switch_terms = switch_terms,
        #isolation = 11
        z0_ref = 50
    )
    cal_trl.run()

    cal_trl.write("cal")

    return cal_trl;

def Apply_cal(path, MesPath, FileName, Le) :

    skrf.stylely()

```

```
name = path+"\CI.xml"
tree = ET.parse(name)
root = tree.getroot()
name = root[0].text
d1 = float(root[1].text)/1000
d2 = float(root[2].text)/1000
a1 = float(root[3].text)
a2 = float(root[4].text)
b1 = float(root[5].text)
b2 = float(root[6].text)
print(root[0].text, " : ", root[1].text, root[2].text,
root[3].text, root[4].text, root[5].text, root[6].text)

cal_tr1 = skrf.read("cal.cal")
mes = skrf.Network(MesPath+'/'+FileName+'.s2p')

m_caled = cal_tr1.apply_cal(mes)

sde = DeEmbedding(m_caled,d1,d2,a1,a2,b1,b2,le)
epmu = NrCorrectedNew(sde,le,0);
eMu = epmu;
return eMu;
```

Programme de calcul d'un calibrage TRL implémenté en python.

Annexe 3 : Programme arduino

```
int directPin = 23;
int stepPinL = 2;
int stepPinR = 5;
int stopLeft = 0;
int stopRight = 2;
int stL = 0;
int stR = 0;
Long posMR = 0;
Long posML = 0;
Long stepToBackR = 0;
Long stepToBackL = 0;
Long limitMax = 100000;
Long posToReachR = 0;
Long posToReachL = 0;
Long baseVit = 100;

boolean inMovementR = false;
boolean inMovementL = false;
boolean message = false;
boolean backTohomeR = false;
boolean backTohomeL = false;
boolean rightsens = false;
boolean printed = false;
String inputString = "";
int nbStep;

void setup() {
  pinMode(directPin, OUTPUT);
  pinMode(stepPinR, OUTPUT);
  pinMode(stepPinL, OUTPUT);
  Serial.begin(9600);
  digitalWrite(directPin, HIGH);
  stL = analogRead(stopLeft);
```

```
    stR = analogRead(stopRight);
    if(stL != 0){
        backTohomeL = true;
        posML = 100000;
    }
    if(stR != 0){
        backTohomeR = true;
        posMR = 100000;
    }
}

void loop() {
    stL = analogRead(stopLeft);
    stR = analogRead(stopRight);
    //Check Home stop
    if(stL == 0 && posML != 0 && !rightsens){
        backTohomeL = false;
        inMovementL = false;
        posML = 0;
        //Serial.print("posML: ");
        //Serial.println(posML);
        if(!printed && posMR == 0){
            Serial.print("Home reached ");
            Serial.print(posML);
            Serial.print("/");
            Serial.println(posMR);
            printed = true;
        }
    }
    if(stR == 0 && posMR != 0 && !rightsens){
        backTohomeR = false;
        inMovementR = false;
        posMR = 0;
        //Serial.print("posMR: ");
```

```
//Serial.println(posMR);
if(!printed && posML == 0){
    Serial.print("Home reached ");
    Serial.print(posML);
    Serial.print("/");
    Serial.println(posMR);
    printed = true;
}
}

//Check message if exist
if(message){
    printed = false;
    if(inputString == "BackToHome"){
        if(posML != 0 || stL != 0){ // ajouter le deuxième stop
            backTohomeL = true;
        }
        else{
            Serial.println("Left motor already at home!");
            Serial.print("Last number of steps : ");
            Serial.println(stepToBackL);
        }
        if(posMR != 0 || stR != 0){ // ajouter le deuxième stop
            backTohomeR = true;
        }
        else{
            Serial.println("Right motor already at home!");
            Serial.print("Last number of steps : ");
            Serial.println(stepToBackL);
        }
    }
    else if(inputString.startsWith("Go")){
        int index = inputString.indexOf(' ');
        String posS = inputString.substring(index);
    }
}
```

```

    posToReachL = posML;
    if(posS!=""){
        posToReachL = posS.toInt();
    }
    inMovementL = true;
    Serial.print("Position asked for left motor: ");
    Serial.println(posToReachL);
    index = inputString.indexOf(' ',index+1);
    posS = inputString.substring(index);
    posToReachR = posMR;
    if(posS!=""){
        posToReachR = posS.toInt();
    }
    inMovementR = true;
    Serial.print("Position asked for right motor: ");
    Serial.println(posToReachR);
}
else if(inputString.startsWith("Init")){
    stL = analogRead(stopLeft);
    stR = analogRead(stopRight);
    if(stL != 0){
        backTohomeL = true;
        posML = limitMax;
        //inMovementL = true;
    }
    if(stR != 0){
        backTohomeR = true;
        posMR = limitMax;
        //inMovementL = true;
    }
}
else if(inputString.startsWith("Stop")){
    stopMotors();
    Serial.println("Motors have been stopped by a stop command
!");

```

```
        Serial.print("Actual position : ");
        Serial.println(posML);
    }
    else if(inputString == "posM"){
        Serial.print("posML : ");
        Serial.println(posML);
        Serial.print("posMR : ");
        Serial.println(posMR);
    }
    else{
        Serial.println("Unknown Command!");
    }

    inputString = "";
    message = false;
}

// Run motor if needed
if(backTohomeL || backTohomeR){
    if(backTohomeL){
        posToReachL = 0;
        goToML(baseVit);
        stepToBackL++;
    }
    if(backTohomeR){
        posToReachR = 0;
        goToMR(baseVit);
        stepToBackR++;
    }
}
if(posMR == posToReachR && posML == posToReachL){
    Serial.println("Home reached!");
}
}
}
else if(inMovementR || inMovementL){
    if(inMovementR){
```

```
        goToMR(baseVit);
    }
    if(inMovementL){
        goToML(baseVit);
    }
    if(posMR == posToReachR && posML == posToReachL && printed ==
false){
        Serial.println("position reached");
        printed = true;
    }
}
}

}

void doOneStepMotor(int speed,int motor) {
    if(motor == 0){//right
        digitalWrite(stepPinR, HIGH);
        delayMicroseconds(speed);
        digitalWrite(stepPinR, LOW);
        delayMicroseconds(speed);
    }else if(motor == 1){//left
        digitalWrite(stepPinL, HIGH);
        delayMicroseconds(speed);
        digitalWrite(stepPinL, LOW);
        delayMicroseconds(speed);
    }
}

}

void goToMR(int speed){
    if(posToReachR < limitMax && posToReachR >=0){
        if(posMR >posToReachR){
            digitalWrite(directPin, HIGH);
            doOneStepMotor(baseVit,0);
            rightsens = false;
            posMR--;
        }else if(posMR < posToReachR){
```

```
        digitalWrite(directPin, LOW);
        doOneStepMotor(baseVit,0);
        rightsens = true;
        posMR++;
    }else if(posMR == posToReachR){
        inMovementR = false;
        backTohomeR = false;
    }
}else{
    inMovementR = false;
    posToReachR = 0;
}
}

void goToML(int speed){
    if(posToReachL < limitMax && posToReachL >=0){
        if(posML >posToReachL){
            digitalWrite(directPin, HIGH);
            doOneStepMotor(baseVit,1);
            rightsens = false;
            posML--;
        }else if(posML < posToReachL){
            digitalWrite(directPin, LOW);
            doOneStepMotor(baseVit,1);
            rightsens = true;
            posML++;
        }else if(posML == posToReachL){
            inMovementL = false;
            backTohomeL = false;
        }
    }else{
        inMovementL = false;
        posToReachL = 0;
    }
}
```

```
}
```

```
void stopMotors(){  
    inMovementL = false;  
    inMovementR = false;  
    backTohomeR = false;  
    backTohomeL = false;  
}
```

```
void serialEvent() {  
    if (Serial.available()) {  
        inputString = Serial.readStringUntil('\n');  
        message = true;  
    }  
}
```

**Programme de gestion de contrôle des moteurs dans le banc de mesure en température
THT implémenté sur une carte arduino.**

BIBLIOGRAPHIE

- [1] B. Ayoub et M. Wajdi, « Dispositifs de mesure de constantes diélectriques dans les matériaux humides : vers une meilleure traçabilité de la mesure de l'humidité des solides », thesis, Aix-Marseille, 2018.
- [2] E. Georgin, J. F. Rochas, S. Hubert, P. Achard, M. B. Ayoub, et P. Sabouroux, « First steps in development of a new transfer standard, for moisture measurement, based on radio-frequency wave and micro-wave », in *17th International Congress of Metrology*, 2015, p. 15008.
- [3] F. Petit, « Modélisation et simulation d'une chambre réverbérante à brassage de modes à l'aide de la méthode des différences finies dans le domaine temporel », déc. 2002.
- [4] J. Krupka, « Frequency domain complex permittivity measurements at microwave frequencies », *Meas. Sci. Technol.*, vol. 17, n° 6, p. R55-R70, juin 2006.
- [5] L. Neves, « Application au domaine biomedical des moyens de caractérisation électromagnétique de matériaux dans le spectre des micro-ondes », Aix-Marseille Université, Marseille, 2017.
- [6] E. Georget, « Preuve de concept d'une liaison radio mer-air d'une balise autonome de petites dimensions - Projet BELOCOPA : conception d'antennes multi-bande sur substrat souple », Aix-Marseille Université, Marseille, 2014.
- [7] X. Faget, A. Litman, E. Dieudonne, S. Enoch, et N. Mallejac, « Free-Space Characterization of the Permeability of Inhomogeneous Magneto-Dielectric Materials », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 65, n° 12, p. 5035-5045, déc. 2017.
- [8] D. K. Ghodgaonkar, V. V. Varadan, et V. K. Varadan, « A free-space method for measurement of dielectric constants and loss tangents at microwave frequencies », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 38, n° 3, p. 789-793, juin 1989.
- [9] R. G. Carter, « Accuracy of microwave cavity perturbation measurements », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 49, n° 5, p. 918-923, mai 2001.
- [10] J. Krupka, R. G. Geyer, J. Baker-Jarvis, et J. Ceremuga, « Measurements of the complex permittivity of microwave circuit board substrates using split dielectric resonator and reentrant cavity techniques », in *Seventh International Conference on Dielectric Materials, Measurements and Applications (Conf. Publ. No. 430)*, 1996, p. 21-24.
- [11] Z. Abbas, R. D. Pollard, et R. W. Kelsall, « A rectangular dielectric waveguide technique for determination of permittivity of materials at W-band », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 46, n° 12, p. 2011-2015, déc. 1998.
- [12] Z. Abbas, R. D. Pollard, et R. W. Kelsall, « Complex permittivity measurements at Ka-Band using rectangular dielectric waveguide », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 50, n° 5, p. 1334-1342, oct. 2001.
- [13] A.-H. Boughriet, C. Legrand, et A. Chapoton, « Noniterative stable transmission/reflection method for low-loss material complex permittivity determination », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 45, n° 1, p. 52-57, janv. 1997.
- [14] J. Baker-Jarvis, E. J. Vanzura, et W. A. Kissick, « Improved technique for determining complex permittivity with the transmission/reflection method », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 38, n° 8, p. 1096-1103, août 1990.

- [15] P. Sabouroux et P. Boschi, « EpsiMu : A New Microwave Materials Measurements Kit. », p. 4, 2005.
- [16] M. W. Ben Ayoub, E. Georjgin, J.-F. Rochas, et P. Sabouroux, « Combination of Two Measurement Techniques to Expand the Measurements Frequency Range of the Dielectric Permittivity », *Prog. Electromagn. Res.*, vol. 71, p. 77-82, 2017.
- [17] J. P. Grant, R. N. Clarke, G. T. Symm, et N. M. Spyrou, « A critical study of the open-ended coaxial line sensor technique for RF and microwave complex permittivity measurements », *J. Phys. [E]*, vol. 22, n° 9, p. 757-770, sept. 1989.
- [18] Moon-Que Lee et Sangwook Nam, « An accurate broadband measurement of substrate dielectric constant », *IEEE Microw. Guid. Wave Lett.*, vol. 6, n° 4, p. 168-170, avr. 1996.
- [19] D. Ba et P. Sabouroux, « EpsiMu, A toolkit for permittivity and permeability measurement in microwave domain at real time of all materials: Applications to solid and semisolid materials », *Microw. Opt. Technol. Lett.*, vol. 52, n° 12, p. 2643-2648, déc. 2010.
- [20] A. M. Nicolson et G. F. Ross, « Measurement of the Intrinsic Properties of Materials by Time-Domain Techniques », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 19, n° 4, p. 377-382, nov. 1970.
- [21] T. Markovic, S. Liu, J. Bao, I. Ocket, et B. Nauwelaers, « Temperature controlled measurement setup for permittivity extraction of water up to 40 GHz from 10 to 40 GHz », in *2014 IEEE MTT-S International Microwave Workshop Series on RF and Wireless Technologies for Biomedical and Healthcare Applications (IMWS-Bio2014)*, London, United Kingdom, 2014, p. 1-3.
- [22] M. Noroozian, S. Bulja, R. Cahill, R. Kopf, T. C. Hu, et A. Tate, « Variable Temperature Broadband Microwave and Millimeter-Wave Characterization of Electrochromic ($\text{WO}_3/\text{LiNbO}_3/\text{NiO}$) Thin Films », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 66, n° 2, p. 1070-1080, févr. 2018.
- [23] V. V. Varadan, R. D. Hollinger, D. K. Ghodgaonkar, et V. K. Varadan, « Free-space, broadband measurements of high-temperature, complex dielectric properties at microwave frequencies », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 40, n° 5, p. 842-846, oct. 1991.
- [24] H. S. Ku, B. Horsfield, J. A. R. Ball, et E. Siores, « Permittivity Measurement of Thermoplastic Composites at Elevated Temperature », *J. Microw. Power Electromagn. Energy*, vol. 36, n° 2, p. 101-111, janv. 2001.
- [25] C. Larsson, D. Sjoberg, et L. Elmkvist, « Waveguide Measurements of the Permittivity and Permeability at Temperatures of up to 1000 °C », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 60, n° 8, p. 2872-2880, août 2011.
- [26] M.-S. Cao, W.-L. Song, Z.-L. Hou, B. Wen, et J. Yuan, « The effects of temperature and frequency on the dielectric properties, electromagnetic interference shielding and microwave-absorption of short carbon fiber/silica composites », *Carbon*, vol. 48, n° 3, p. 788-796, mars 2010.
- [27] Y. Zhang, E. Li, J. Zhang, C. Yu, H. Zheng, et G. Guo, « A broadband variable-temperature test system for complex permittivity measurements of solid and powder materials », *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 89, n° 2, p. 024701, févr. 2018.

- [28] J. Krupka, K. Derzakowski, B. Riddle, et J. Baker-Jarvis, « A dielectric resonator for measurements of complex permittivity of low loss dielectric materials as a function of temperature », *Meas. Sci. Technol.*, vol. 9, n° 10, p. 1751-1756, oct. 1998.
- [29] W. E. Courtney, « Analysis and Evaluation of a Method of Measuring the Complex Permittivity and Permeability Microwave Insulators », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 18, n° 8, p. 476-485, août 1970.
- [30] Y. Kobayashi et J. Sato, « Complex Permittivity Measurement of Dielectric Plates by a Cavity Resonance Method », *대한전자공학회 기타 간행물*, p. 89-96, janv. 1988.
- [31] B. Riddle, J. Baker-Jarvis, et J. Krupka, « Complex permittivity measurements of common plastics over variable temperatures », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 51, n° 3, p. 727-733, mars 2003.
- [32] J. M. Catala-Civera, A. J. Canos, P. Plaza-Gonzalez, J. D. Gutierrez, B. Garcia-Banos, et F. L. Penaranda-Foix, « Dynamic Measurement of Dielectric Properties of Materials at High Temperature During Microwave Heating in a Dual Mode Cylindrical Cavity », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 63, n° 9, p. 2905-2914, sept. 2015.
- [33] X. Huang *et al.*, « Graphene Oxide Dielectric Permittivity at GHz and Its Applications for Wireless Humidity Sensing », *Sci. Rep.*, vol. 8, n° 1, déc. 2018.
- [34] « Measurements of loss tangent and relative permittivity of LTCC ceramics at varying temperatures and frequencies », *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 23, n° 14, p. 2611-2615, janv. 2003.
- [35] G. Zhang, S. Nakaoka, et Y. Kobayashi, « Millimeter wave measurements of temperature dependence of complex permittivity of dielectric plates by the cavity resonance method », in *Proceedings of 1997 Asia-Pacific Microwave Conference*, Hong Kong, 1997, vol. 3, p. 913-916.
- [36] L. Cao, J.-M. Yan, et L. Yin, « TEMPERATURE COEFFICIENT MEASUREMENT OF MICROWAVE DIELECTRIC MATERIALS USING CLOSED CAVITY METHOD », *Prog. Electromagn. Res. Lett.*, vol. 63, p. 93-97, 2016.
- [37] J. B. Salsman et S. P. Holderfield, « A Technique for Measuring the Dielectric Properties of Minerals at Microwave Heating Frequencies Using an Open-Ended Coaxial Line », p. 25.
- [38] M. A. Stuchly et S. S. Stuchly, « Coaxial Line Reflection Methods for Measuring Dielectric Properties of Biological Substances at Radio and Microwave Frequencies-A Review », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 29, n° 3, p. 176-183, 1980.
- [39] F. Jaspard et M. Nadi, « Dielectric properties of blood: an investigation of temperature dependence », *Physiol. Meas.*, vol. 23, n° 3, p. 547-554, août 2002.
- [40] S. O. Nelson, « Frequency- and Temperature-dependent permittivities of fresh fruits and vegetables from 0.01 to 1.8GHz », *Trans. ASAE*, vol. 46, n° 2, 2003.
- [41] M. Aral, J. G. P. Binner, G. E. Carr, et T. E. Cross, « High Temperature Dielectric Measurements on Ceramics », *MRS Proc.*, vol. 269, janv. 1992.
- [42] S. O. Nelson et P. G. Bartley, « Measuring frequency- and temperature-dependent permittivities of food materials », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 51, n° 4, p. 589-592, août 2002.

- [43] D. L. Gershon, J. P. Calame, Y. Carmel, T. M. Antonsen, et R. M. Hutcheon, « Open-ended coaxial probe for high-temperature and broad-band dielectric measurements », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 47, n° 9, p. 1640-1648, sept. 1999.
- [44] R. G. A. de Lima, V. L. O. Brito, L. V. Lemos, et A. C. C. Migliano, « Temperature Sensibility of Complex Permittivity in Ni–Zn Ferrite at Different Temperatures in the 700 MHz–1 GHz Range », *IEEE Trans. Magn.*, vol. 54, n° 2, p. 1-5, févr. 2018.
- [45] V. Komarov, S. Wang, et J. Tang, « Permittivity and Measurements », in *Encyclopedia of RF and Microwave Engineering*, K. Chang, Éd. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2005.
- [46] S. Mueller *et al.*, « Broad-band microwave characterization of liquid crystals using a temperature-controlled coaxial transmission line », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 53, n° 6, p. 1937-1945, juin 2005.
- [47] J.-L. Gallou, M. Ledieu, et O. Acher, « High Temperature Coaxial Line Measurement Cell using Room Temperature Calibration », in *2004 Conference on Precision Electromagnetic Measurements*, 2004, p. 473-474.
- [48] A. P. Gregory, R. N. Clarke, et M. G. Cox, « Traceable measurement of dielectric reference liquids over the temperature interval 10–50 °C using coaxial-line methods », *Meas. Sci. Technol.*, vol. 20, n° 7, p. 075106, juill. 2009.
- [49] J. Arbuthnott, R. Gehm, et J. Nevin, « Variation of the electrical length of coaxial transmission lines with temperature », in *Annual Report 1960 Conference on Electrical Insulation*, Washington, DC, USA, 1960, p. 187-189.
- [50] « Absorbant APU10 », *Siepel*. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.siepel.com/fr/rf/absorbants/>. [Consulté le: 19-août-2019].
- [51] É. Georget, R. Abdeddaim, et P. Sabouroux, « A quasi-universal method to measure the electromagnetic characteristics of usual materials in the microwave range », *Comptes Rendus Phys.*, vol. 15, n° 5, p. 448-457, 2014.
- [52] G. F. Engen et C. A. Hoer, « Thru-Reflect-Line: An Improved Technique for Calibrating the Dual Six-Port Automatic Network Analyzer », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 27, n° 12, p. 987-993, déc. 1979.
- [53] T. Ypma, « Historical Development of the Newton–Raphson Method », *SIAM Rev.*, vol. 37, n° 4, p. 531-551, déc. 1995.
- [54] S. Tahar et F. Benabed, « Dielectric Proprieties Determination of High Density Polyethylene (HDPE) by Dielectric Spectroscopy », *Int. J. Mater. Mech. Manuf.*, volume 03, p. 121-124, mai 2015.
- [55] S. Roberts et A. Von Hippel, « A New Method for Measuring Dielectric Constant and Loss in the Range of Centimeter Waves », *J. Appl. Phys.*, vol. 17, n° 7, p. 610-616, 1946.
- [56] J. S. Bobowski et T. Johnson, « Permittivity measurements of biological samples by an open-ended coaxial line », *Prog. Electromagn. Res. B*, vol. 40, p. 159-183, 2012.
- [57] A. H. Muqaibel et A. Safaai-Jazi, « A new formulation for characterization of materials based on measured insertion transfer function », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 51, n° 8, p. 1946-1951, août 2003.

- [58] W. Weir, « (14) Automatic Measurement of Complex Dielectric Constant and Permeability at Microwave Frequencies », *ResearchGate*. [En ligne]. Disponible sur: <https://ieeexplore.ieee.org/document/1451312>. [Consulté le: 12-juin-2018].
- [59] J. Krupka, « SPLIT POST DIELECTRIC RESONATORS FOR MEASUREMENTS OF THE COMPLEX PERMITTIVITY OF LAMINAR DIELECTRIC MATERIALS AT MICROWAVE FREQUENCIES », févr. 2002.
- [60] K. Chalapat, K. Sarvala, Jian Li, et G. S. Paraoanu, « Wideband Reference-Plane Invariant Method for Measuring Electromagnetic Parameters of Materials », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 57, n° 9, p. 2257-2267, sept. 2009.
- [61] J. Qi, H. Kettunen, H. Wallen, et A. Sihvola, « Compensation of Fabry-perot Resonances in Homogenization of Dielectric Composites », *IEEE Antennas Wirel. Propag. Lett.*, vol. 9, p. 1057-1060, 2010.
- [62] X.-X. Liu, D. A. Powell, et A. Alù, « Correcting the Fabry-Perot artifacts in metamaterial retrieval procedures », *Phys. Rev. B*, vol. 84, n° 23, déc. 2011.
- [63] K. Sung et J. Baker-Jarvis, « An Approximate Approach to Determining the Permittivity and Permeability near $\lambda/2$ Resonances in Transmission/Reflection Measurements ». [En ligne]. Disponible sur: <http://www.jpier.org/PIERB/pierb58/08.13121308.pdf>. [Consulté le: 08-févr-2017].
- [64] P. Ehrlich, « Dielectric properties of teflon from room temperature to 314-degrees-C and from frequencies of 10_2 to 10_5 c/s », *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, vol. 51, n° 4, p. 185, oct. 1953.
- [65] Anritsu, « 11410-00738C.pdf », *TOSLN50A-18 Calibration Kit*. [En ligne]. Disponible sur: <https://dl.cdn-anritsu.com/en-us/test-measurement/files/Brochures-Datasheets-Catalogs/datasheet/11410-00738C.pdf>. [Consulté le: 20-août-2019].
- [66] J. Baker-Jarvis, M. D. Janezic, J. H. J. Grosvenor, et R. G. Geyer, « Transmission/reflection and short-circuit line methods for measuring permittivity and permeability », p. 124.
- [67] L. G. Hector et H. L. Schultz, « The Dielectric Constant of Air at Radiofrequencies », *Physics*, vol. 7, n° 4, p. 133-136, avr. 1936.
- [68] M. Onimisi et T. Ikyumbur, « Comparative Analysis of Dielectric Constant and Loss Factor of Pure Butan-1-ol and Ethanol », *Am J Condens Matter Phys*, vol. 2015, p. 69-75, 2015.
- [69] K. S. Cole et R. H. Cole, « Dispersion and Absorption in Dielectrics I. Alternating Current Characteristics », *J. Chem. Phys.*, vol. 9, p. 341-351, 1941.
- [70] A. P. Gregory et R. N. Clarke, *Tables of the Complex Permittivity of Dielectric Reference Liquids at Frequencies Up to 5 GHz*. National Physical Laboratory, 2001.
- [71] S. Sudo, N. Shinyashiki, Y. Kitsuki, et S. Yagihara, « Dielectric Relaxation Time and Relaxation Time Distribution of Alcohol-Water Mixtures », *J. Phys. Chem. A*, vol. 106, n° 3, p. 458-464, janv. 2002.
- [72] « Polar molecules. By P. Debye, Ph.D., Pp. 172. New York: Chemical Catalog Co., Inc., 1929. \$ 3.50 », *J. Soc. Chem. Ind.*, vol. 48, n° 43, p. 1036-1037, 1929.
- [73] S. Arrhenius, « On the Reaction Velocity of the Inversion of Cane Sugar by Acids », *Z. Für Phys. Chem.*, vol. 4, p. 226-248, 1889.

- [74] U. Kaatze, « Complex permittivity of water as a function of frequency and temperature », *J. Chem. Eng. Data*, vol. 34, n° 4, p. 371-374, oct. 1989.
- [75] U. Kaatze, « The dielectric properties of water in its different states of interaction », *J. Solut. Chem.*, vol. 26, p. 1049-1112, nov. 1997.
- [76] J. L. Davis et A. P. Annan, « Ground-Penetrating Radar for High-Resolution Mapping of Soil and Rock Stratigraphy1 », *Geophys. Prospect.*, vol. 37, n° 5, p. 531-551, 1989.
- [77] W. J. Ellison, « Permittivity of Pure Water, at Standard Atmospheric Pressure, over the Frequency Range 0–25THz and the Temperature Range 0–100°C », *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 36, n° 1, p. 1-18, févr. 2007.
- [78] W. Ellison, « Permittivity of Pure Water, at Standard Atmospheric Pressure, over the Frequency Range 0–25 THz and the Temperature ». 2007.
- [79] Yong Wang, M. N. Afsat, et R. Grignon, « Complex permittivity and permeability of carbonyl iron powders at microwave frequencies », in *IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium. Digest. Held in conjunction with: USNC/CNC/URSI North American Radio Sci. Meeting (Cat. No.03CH37450)*, Columbus, OH, USA, 2003, vol. 4, p. 619-622.
- [80] « Four tubulaire horizontal compact ouvrant - EST / EZS - Carbolite Gero », *carbolite-gero*. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.carbolite-gero.fr/fr/produits/fours-a-tube/fours-tubulaires-sandwich/est-ezs/function-features/>. [Consulté le: 21-août-2019].
- [81] D. Allal, M. Bahouche, E. Bergeault, et A. Litwin, « Etalonnage TRA amélioré pour des mesures traçables de paramètres S sous pointes », *Rev. Fr. Métrologie*, n° 23, p. 21-25, mai 2011.
- [82] T. W. Giants, « Crystallinity and dielectric properties of PEEK, poly(ether ether ketone) », *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 1, n° 6, p. 991-999, déc. 1994.
- [83] S. Fujita, T. Matsuoka, T. Ishida, K. Matsuoka, et S. Mae, « A summary of the complex dielectric permittivity of ice in the megahertz range and its applications for radar sounding of polar ice sheets », janv. 2000.
- [84] R. E. Grimm, D. E. Stillman, et J. A. MacGregor, « Dielectric signatures and evolution of glacier ice », *J. Glaciol.*, vol. 61, n° 230, p. 1159-1170, ed 2015.
- [85] P. B. Price *et al.*, « Temperature profile for glacial ice at the South Pole: Implications for life in a nearby subglacial lake », *Proc. Natl. Acad. Sci.*, vol. 99, n° 12, p. 7844-7847, juin 2002.
- [86] Y. Brouet *et al.*, « Characterization of the permittivity of controlled porous water ice-dust mixtures to support the radar exploration of icy bodies », *J. Geophys. Res. Planets*, vol. 121, n° 12, p. 2426-2443, 2016.
- [87] Y. Brouet *et al.*, « Permittivity measurements of porous matter in support of investigations of the surface and interior of 67P/Churyumov-Gerasimenko », *Astron. Astrophys.*, vol. 583, p. A39, nov. 2015.
- [88] E. Heggy, P. Paillou, G. Ruffie, J. M. Malezieux, F. Costard, et G. Grandjean, « On Water Detection in the Martian Subsurface Using Sounding Radar », *Icarus*, vol. 154, n° 2, p. 244-257, déc. 2001.

- [89] Y. Brouet, P. Becerra, P. Sabouroux, A. Pommerol, et N. Thomas, « A laboratory-based dielectric model for the radar sounding of the martian subsurface », *Icarus*, vol. 321, p. 960-973, mars 2019.
- [90] S. R. Gough, « A Low Temperature Dielectric Cell and the Permittivity of Hexagonal Ice to 2 K », *Can. J. Chem.*, vol. 50, n° 18, p. 3046-3051, sept. 1972.
- [91] P. Bohleber, N. Wagner, et O. Eisen, « Permittivity of ice at radio frequencies: Part I. Coaxial transmission line cell », *Cold Reg. Sci. Technol.*, vol. 82, p. 56-67, oct. 2012.