



HAL
open science

Etude et réalisation de capteurs hyperfréquences : application à la détermination de la concentration en glucose

Mahdi Srour

► **To cite this version:**

Mahdi Srour. Etude et réalisation de capteurs hyperfréquences : application à la détermination de la concentration en glucose. Electronique. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2017. Français. NNT : 2017BRES0129 . tel-03670409

HAL Id: tel-03670409

<https://theses.hal.science/tel-03670409>

Submitted on 17 May 2022

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



université de bretagne
occidentale

UNIVERSITE
BRETAGNE
LOIRE

THÈSE / UNIVERSITÉ DE BRETAGNE OCCIDENTALE

sous le sceau de l'Université Bretagne Loire

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BRETAGNE OCCIDENTALE

*Mention : Sciences et Technologies de l'Information et de la
Communication*

Spécialité : Electronique

École Doctorale MathSTIC – ED 601

présentée par

Mahdi SROUR

Préparée au Lab-STICC

Laboratoire des Sciences et Techniques
de l'Information, de la Communication et
de la Connaissance

Etude et réalisation de capteurs hyperfréquences : application à la détermination de la concentration en glucose.

Cette thèse a bénéficié du
Soutien financier de :



Thèse soutenue le 12 décembre 2017

devant le jury composé de :

FRANÇAIS Olivier

Professeur, ESIEE Paris, Noisy Le Grand

MADRANGEAS Valérie

Professeur des universités, Université de Limoges / *Pdt du Jury*

PERSON Christian

Professeur des universités, IMT Atlantique, Brest

POTELON Benjamin

Maître de Conférences, Université de Bretagne Occidentale, Brest

PRIGENT Gaétan

Maître de Conférences, ENSEEIHT – INPT – Toulouse

QUENDO Cédric

Professeur des Universités, Université de Bretagne Occidentale,
Brest / *Directeur de thèse*

CARRE Jean-Luc

Professeur des Universités, PH, Université de Bretagne Occidentale,
Brest / *Invité*

PELLEN Fabrice

Maître de conférences, Université de Bretagne Occidentale, Brest /
Invité

Table des matières

Table des matières	1
Table des figures	5
Introduction générale	11
Bibliographie de l'introduction générale	15
Chapitre I : Caractéristiques Du Capteur De Glucose Et Etat De L'art	17
1.1. Introduction	19
1.2. Méthodes usuelles pour le dosage du glucose dans le sang humain	20
1.2.1. Les méthodes chimiques.....	20
1.2.2. Les méthodes enzymatiques	21
1.2.3. Exemples de systèmes d'analyse du glucose dans le sang	22
1.2.4. Caractéristique du capteur de glucose	25
1.2.5. Complexité du milieu et Solution envisageable	26
1.3. Techniques de mesures hyperfréquences des matériaux diélectriques	28
1.3.1. Techniques de mesure en réflexion	28
a) Sonde coaxiale	28
b) Guide d'onde volumique.....	29
1.3.2. Techniques de mesure en transmission	30
a) Cellule en ligne coaxiale	30
b) Guide d'onde volumique.....	31
c) Ligne de transmission chargée.....	33
d) Espace libre	34
1.3.3. Dispositifs résonants.....	35
a) Cavités résonantes.....	35
b) Résonateurs diélectriques.....	36
1.4. Généralités sur les matériaux diélectriques.....	37
1.4.1. Phénomène de polarisation.....	38
1.4.2. Permittivité diélectrique	40
1.4.3. Etude théorique sur les modèles diélectriques du liquide	42
a) Relaxations du type Debye	42
b) Distribution des temps de relaxation.....	43
c) Effet de la température sur le temps de relaxation.....	46
d) Les modèles précédents de la permittivité complexe	47

1.5. Synthèse	50
1.6. Conclusion.....	53
Bibliographie du chapitre I.....	55
Chapitre II : Mesures Des Caractéristiques Des Composants Dans Des Solutions Chimiques Et Dans Le Sang Total	63
2.1. Introduction.....	65
2.2. Expérimentation	66
2.2.1. Choix de la technologie pour effectuer des mesures	66
2.2.2. Principes et méthode de mesure	67
2.2.3. Mesure de la permittivité diélectrique de l'eau	68
2.2.4. Permittivité diélectrique des solutions aqueuses de glucose.....	72
2.2.5. Détermination de la viscosité d'une solution aqueuse	79
a) Méthode de mesure	79
b) Préparation des solutions chimiques.....	80
c) Résultats de mesures	81
2.3. Modélisation.....	81
2.3.1. Modèle de l'eau desionisée	81
a) Construction de Dataset	82
b) Résultats et discussion	89
c) Conclusion	95
2.3.2. Modèle de la permittivité diélectrique du glucose.....	95
a) Construction de Dataset	95
b) Validation du nouveau modèle en comparant avec de nouvelles données expérimentales de la permittivité diélectrique complexe.....	100
c) Conclusion	103
2.3.3. Modèle de la viscosité de glucose	103
a) Validation du modèle.....	103
b) Conclusion	104
2.3.4. Modèle de la viscosité de l'eau	105
a) Validation du modèle.....	105
2.3.5. Temps de relaxation et viscosité.....	105
2.4. Conclusion.....	107
Bibliographie du chapitre II	109
Chapitre III : Capteur Microonde A Base De Technologie Planaire Et Volumique	113
3.1. Introduction	115
3.2. Choix des tubes et des liquides diélectriques	115

3.2.1.	Tube de prélèvement sanguin.....	115
3.2.2.	Choix des liquides diélectriques.....	116
3.3.	Capteur microonde basé sur un résonateur planaire.....	117
3.3.1.	Choix de la technologie:.....	117
3.3.2.	Capteur à base d'un resonateur à stub.....	118
a)	Influence de la position du tube sur la performance du résonateur.....	119
b)	Influence de la longueur du stub sur la performance du résonateur.....	122
c)	Influence de la largeur du stub sur la performance du résonateur.....	- 124 -
d)	Résultats de mesures du résonateur.....	- 125 -
e)	Conclusion.....	- 127 -
3.3.3.	Capteur à base d'un resonateur DBR.....	- 127 -
a)	Topologie du résonateur.....	- 128 -
b)	Résultats de mesures de résonateur DBR.....	- 130 -
c)	Conclusion.....	- 132 -
3.4.	Capteur microonde à base de technologie volumique.....	- 133 -
3.4.1.	Rappel théorique (guide rectangulaire et guide plan).....	- 133 -
3.4.2.	Topologie du guide d'onde.....	- 134 -
3.4.3.	Guide d'onde sans ouverture avec tube centré au milieu.....	- 135 -
3.4.4.	Guide d'onde avec ouverture.....	- 137 -
a)	Guide avec un Trou au-dessus.....	- 138 -
b)	Résultats de mesures du guide d'onde.....	- 139 -
3.4.5.	Conclusion.....	- 144 -
3.5.	Conclusion.....	- 144 -
	Bibliographie du chapitre III.....	- 147 -
	Conclusion générale & perspectives.....	- 151 -
	Annexe A.....	- 155 -
	Annexe B.....	- 157 -
	Annexe C.....	- 160 -
	Bibliographie des annexes.....	- 163 -

Table des figures

Figure I. 1 : (a) La méthode photométrique, (b) la méthode ampérométrique pour déterminer la concentration en glucose [11, 12].	21
Figure I. 2: Représentation synthétique des réactions enzymatiques à la base de la mesure de la concentration en glucose en solution et/ou dans le sang [14].	22
Figure I. 3: Lecteur glycémie utilisé dans les laboratoires [15].	22
Figure I. 4: Appareil GlucoWatch pour détecter la glycémie [16].	24
Figure I. 5: Le système minimed pour détecter le taux du glucose dans le sang [17].	24
Figure I. 6: Lecteur de glycémie 'Freestyle Libre' [18].	25
Figure I. 7: Les composants de sang [20].	26
Figure I. 8: Technique en réflexion : Schéma de mesure en sonde coaxiale.	29
Figure I. 9: Technique en réflexion : Schéma de mesure en guide d'onde.	30
Figure I. 10: Technique en transmission : Schéma de mesure en ligne coaxiale.	30
Figure I. 11: Schéma de mesure en guide d'onde rectangulaire.	31
Figure I. 12: Ligne microruban: Technologie planaire.	33
Figure I. 13: Schéma de mesure en espace libre.	34
Figure I. 14: Schéma de mesure en cavité [54].	35
Figure I. 15: Schéma de mesure en résonateur diélectrique [59].	36
Figure I. 16: Les mécanismes de la polarisation en fonction de la fréquence [68, 69].	38
Figure I. 17: Polarisation électronique.	39
Figure I. 18: Polarisation atomique.	39
Figure I. 19: Polarisation interfaciale.	39
Figure I. 20: Polarisation par orientation (dipolaire).	39
Figure I. 21: Variation de la permittivité en fonction de la fréquence [69].	41
Figure I. 22: Le diagramme d'Argand pour le modèle de Debye.	43
Figure I. 23: Le diagramme d'Argand pour le modèle de Davidson-Cole.	44
Figure I. 24: Le diagramme d'Argand pour le modèle de Havriliak-Negami.	44
Figure I. 25: Les permittivités diélectriques pour les quatre modèles : (a) Partie réelle, (b) partie imaginaire.	45
Figure I. 26: La variation des pertes diélectriques ($\tan \Delta$) du matériau en fonction de la fréquence suivant le type de modèle de relaxation considéré.	46
Figure I. 27: Le diagramme d'Argand pour les différents modèles : Debye, Cole-Cole, Davidson-Cole et Havriliak-Negami.	46
Figure II. 1: La méthode de la sonde coaxiale 85070E par réflexion [1].	66
Figure II. 2: Schéma de principe du dispositif expérimental basé sur la sonde coaxial Agilent 85070E en circuit-ouvert.	67
Figure II. 3: Caractéristique de l'eau désionisée avant et après les mesures du liquide.	68
Figure II. 4: Structure tétraédrique des molécules d'eau.	69
Figure II. 5: Permittivité diélectrique de l'eau désionisée à la température ambiante: ϵ' (rouge) et ϵ'' (bleu).	69
Figure II. 6: Effet de la température sur les structures des molécules d'eau [3].	70

Figure II. 7: Evolution des Permittivités diélectriques relatives de l'eau désionisée en fonction de la température de 5° à 45°C.	71
Figure II. 8: Schéma descriptif de l'effet de la concentration du glucose sur la structure de l'eau [4].	72
Figure II. 9: Distribution moléculaire (soluté et hydratation) en fonction de la concentration du glucose.	73
Figure II. 10: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose à différentes concentrations mesurées à la température ambiante: partie réelle (lignes pointillées) et partie imaginaire (lignes pleines).	73
Figure II. 11: Représentation des réponses électromagnétiques des constituants d'une solution aqueuse de glucose.	74
Figure II. 12: Caractéristique de l'eau désionisée avant et après les mesures des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose.	75
Figure II. 13: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose à différentes concentrations à 20 °C: partie réelle (lignes pointillées) et partie imaginaire (lignes pleines).	76
Figure II. 14: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose à différentes concentrations à 34 °C: partie réelle (lignes pointillées) et partie imaginaire (lignes pleines).	76
Figure II. 15: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose à différentes concentrations à 37 °C: partie réelle (lignes pointillées) et partie imaginaire (lignes pleines).	76
Figure II. 16: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose à différentes concentrations à 45 °C: partie réelle (lignes pointillées) et partie imaginaire (lignes pleines).	77
Figure II. 17: Diagramme d'Argand pour: (a) l'eau désionisée en fonction de la température, (b) des solutions aqueuses de glucose en fonction de la concentration.	78
Figure II. 18: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de chlorure de sodium à différentes concentrations à 20 °C: (a) partie réelle, (b) partie imaginaire.	78
Figure II. 19: Diagramme d'Argand pour des solutions aqueuses de chlorure de sodium (NaCl) à différentes concentrations de 1 à 10 %.	79
Figure II. 20: Protocole et principe de mesure de la viscosité du liquide étudié.	80
Figure II. 21: Résultats de mesures de la viscosité du glucose en fonction de la température.	81
Figure II. 22: Distribution des mesures expérimentales de permittivité diélectrique en fonction de la fréquence et de la température obtenues à partir de la littérature [7, 11, 22, 25-46]	83
Figure II. 23: Les données expérimentales de permittivité diélectrique statique de l'eau pure entre 0 ° et 60 ° C obtenues à partir de la littérature utilisée pour construire le dataset.	84
Figure II. 24: Comparaison entre le dataset de la permittivité diélectrique statique de l'eau pure et les références utilisées pour construire ce dataset.	85
Figure II. 25: Temps de relaxation de l'eau pure à plusieurs températures comprises entre 0 ° et 60 ° C.	86

Figure II. 26: Comparaison entre les valeurs de RelaxAvg du temps de relaxation de l'eau pure et diverses références que nous avons déjà utilisées pour calculer le RelaxAvg.	87
Figure II. 27: Permittivité diélectrique à 0 °C: Modèle { ϵ' (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [11, 25, 27, 30-32, 36, 37, 46] (symboles).....	89
Figure II. 28: Permittivité diélectrique à 5 °C: Modèle { ϵ' (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [31, 39, 40, 41, 45] (symboles).	90
Figure II. 29: Permittivité diélectrique à 20 °C: Modèle { ϵ' (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [11, 22, 27, 31, 34, 36, 37, 38] (symboles).	90
Figure II. 30: Permittivité diélectrique à 25 °C: Modèle { ϵ' (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [7, 11, 32, 33, 41, 46] (symboles).	90
Figure II. 31: Permittivité diélectrique à 30 °C: Modèle { ϵ' (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [7, 11, 22, 27, 29, 31, 32, 36] (symboles).	90
Figure II. 32: Permittivité diélectrique à 35 °C: Modèle { ϵ' (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [39, 42-45] (symboles).	91
Figure II. 33: Permittivité diélectrique à 40 °C: Modèle { ϵ' (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [22, 27, 29, 31, 32, 37, 44] (symboles).	91
Figure II. 34: Permittivité diélectrique à 50 °C: Modèle { ϵ' (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [22, 26, 27, 29-31, 37] (symboles).....	91
Figure II. 35: Permittivité diélectrique à 60 °C: Modèle { ϵ' (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [22, 27, 28, 31, 32, 36, 37] (symboles).	91
Figure II. 36: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 5°C.	93
Figure II. 37: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 20°C.	93
Figure II. 38: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 25°C.	94
Figure II. 39: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 30°C.	94
Figure II. 40: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 35°C.	94
Figure II. 41: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 40°C.	94
Figure II. 42: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 45°C.	95
Figure II. 43: Distribution des nouvelles mesures expérimentales de la permittivité diélectrique du glucose en fonction de la fréquence, de la concentration et de la température.	96
Figure II. 44: Permittivité diélectrique statique du glucose en fonction de sa concentration et de la température.	98
Figure II. 45: Temps de relaxation du glucose en fonction de sa concentration et de la température.	99
Figure II. 46: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à T=20°C, C=1%.	100

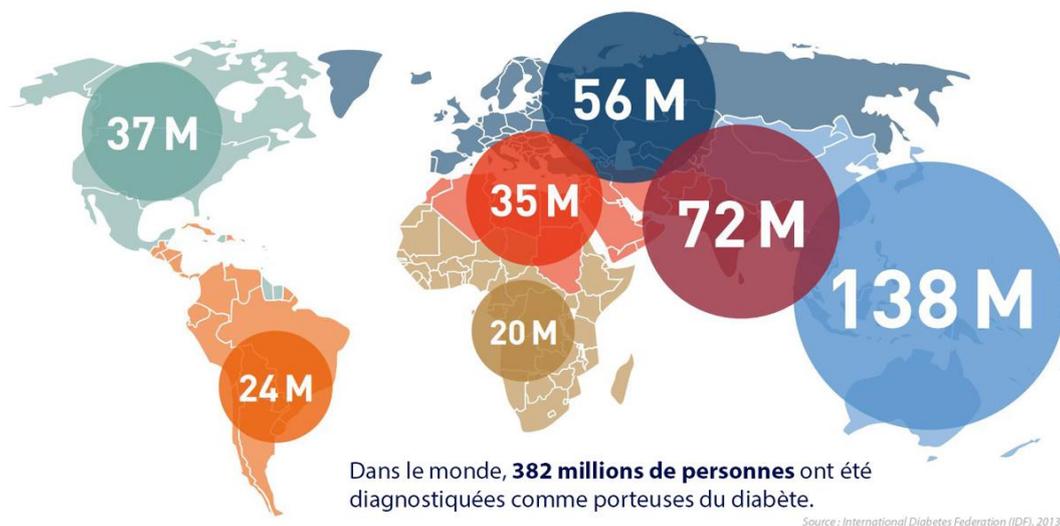
Figure II. 47: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=20^{\circ}\text{C}$, $C=5\%$	100
Figure II. 48: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=20^{\circ}\text{C}$, $C=10\%$	100
Figure II. 49: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=20^{\circ}\text{C}$, $C=15\%$	100
Figure II. 50: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=20^{\circ}\text{C}$, $C=20\%$	101
Figure II. 51: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=20^{\circ}\text{C}$, $C=30\%$	101
Figure II. 52: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=25^{\circ}\text{C}$, $C=1\%$	101
Figure II. 53: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=25^{\circ}\text{C}$, $C=5\%$	101
Figure II. 54: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=25^{\circ}\text{C}$, $C=10\%$	101
Figure II. 55: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=25^{\circ}\text{C}$, $C=30\%$	101
Figure II. 56: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=37^{\circ}\text{C}$, $C=1\%$	102
Figure II. 57: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=37^{\circ}\text{C}$, $C=15\%$	102
Figure II. 58: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=37^{\circ}\text{C}$, $C=20\%$	102
Figure II. 59: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=45^{\circ}\text{C}$, $C=1\%$	102
Figure II. 60: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=45^{\circ}\text{C}$, $C=5\%$	102
Figure II. 61: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=37^{\circ}\text{C}$, $C=10\%$	102
Figure II. 62: Comparaison entre les données expérimentales de la viscosité du glucose et le modèle proposé en fonction de la température et de la concentration de la solution aqueuse du glucose.	104
Figure II. 63: Différences entre les valeurs calculées par le modèle proposé et les données expérimentales trouvées dans la littérature [56].	105
Figure III. 1: Les caractéristiques des tubes de sérum [1].	116
Figure III. 2: Permittivité diélectrique du sang humain en fonction de la fréquence [2].....	117
Figure III. 3: Technologie microruban: (a) ligne microruban, (b) représentation des lignes de champ.....	118
Figure III. 4: Stub avec un tube à essai placé à l'extrémité du stub: (a) vue 3D, (b) vue de dessus du résonateur.	119
Figure III. 5: Stub quart d'onde avec un tube à essai placé à trois positions différentes: (a) à l'extrémité, (b) au milieu et (c) à la jonction.	120

Figure III. 6: Réponses diélectriques du décalage de la fréquence de résonance d'un stub avec un tube placé à l'extrémité du stub: Tube vide (bleu), tube rempli (rouge).....	120
Figure III. 7: Réponses diélectriques du décalage de la fréquence de résonance d'un stub avec un tube placé au milieu du stub: Tube vide (bleu), tube rempli (rouge).....	121
Figure III. 8: Réponses diélectriques du décalage de la fréquence de résonance d'un stub avec un tube placé au niveau de la jonction du stub: Tube vide (bleu), tube rempli (rouge).	121
Figure III. 9: Décalage en fréquence de résonance du stub quart d'onde en fonction du déplacement de tube rempli d'une permittivité est égal à 80,23.....	122
Figure III. 10: Réponses électriques du décalage de la fréquence de résonance lorsque le tube rempli de diélectrique de différentes permittivités : (a) stub quart d'onde, (b) stub demi-onde et (c) trois-quarts d'onde.....	123
Figure III. 11: Variation du décalage en fréquence de résonance en fonction de la permittivité du tube pour les trois stubs.....	- 124 -
Figure III. 12: Réponses électriques du décalage de la fréquence de résonance en fonction de la largeur du stub quart d'onde.....	- 124 -
Figure III. 13: Mesure à l'aide d'un Analyseur de réseau.....	- 125 -
Figure III. 14: Résultats de rétro simulation et de mesure du stub quart d'onde à vide.	- 125 -
Figure III. 15: Résultats de mesure du stub quart d'onde avec un tube rempli d'eau désionisée et du glucose.	- 126 -
Figure III. 16: Décalage en fréquence de résonance du stub quart d'onde en fonction de la concentration du glucose.....	- 126 -
Figure III. 17: Schéma simplifié d'un résonateur DBR et son impédance équivalente [6]-	127
-	
Figure III. 18: Résonateur DBR sur un substrat FR4.....	- 128 -
Figure III. 19: Géométrie du support utilisé pour effectuer les mesures: (a) modèle 3D, (b) support imprimé par l'imprimante 3D.....	- 128 -
Figure III. 20: Résultats de simulation du résonateur DBR à vide : S12 (bleu), S11 (rouge) ...	- 129 -
Figure III. 21: Résultats de simulations du DBR avec deux tubes remplis de différentes permittivités: Tube 1 est rempli d'une permittivité P70, tube 2 est rempli des diélectriques à différentes permittivités P75, P77 et P80.....	- 130 -
Figure III. 22: Mesure à l'aide d'un Analyseur de réseau du résonateur DBR.....	- 130 -
Figure III. 23: Résultats de rétro simulation et de mesure du double stub à vide.....	- 131 -
Figure III. 24: Résultats de mesure du résonateur à double stub avec deux tubes remplis d'eau désionisée.....	- 131 -
Figure III. 25: Résultats de mesure du résonateur à double stub avec deux tubes remplis d'eau désionisée et du glucose.....	- 132 -
Figure III. 26: Coupe du guide rectangulaire.....	- 133 -
Figure III. 27: Guide d'onde rectangulaire WR284 de dimensions 34.04x72.14mm	- 135 -
Figure III. 28: Diagramme de dispersion d'un guide d'onde non chargé (vide).....	- 135 -
Figure III. 29: Structure du guide d'onde avec tube.....	- 135 -
Figure III. 30: Structures de guides avec ouvertures: (a) au-dessus, (b) dessus-dessous, (c) Horizontalement.....	- 137 -
Figure III. 31: Structure du guide d'onde avec le tube de sérum inséré au milieu.....	- 138 -

Figure III. 32: Coefficients des transmissions et des réflexions du guide d'onde WR284 avec ouverture au-dessus.....	- 138 -
Figure III. 33: Principe d'étalonnage du guide d'onde WR284: (a) Thru (b) Reflect, (c) Line. -	139 -
Figure III. 34: Montage de mesures du guide d'onde avec le tube de sérum.....	- 139 -
Figure III. 35: Coefficients des transmissions et des réflexions dans un guide WR284 sont mesurées: i) Guide sans ouverture, ii) avec un trou au dessus et iii) avec un tube vide placé au milieu.	- 140 -
Figure III. 36: Résultats de simulation et de mesure du guide d'onde avec un tube rempli d'eau désionisée et placé au milieu du guide.....	- 140 -
Figure III. 37: Les résultats de mesures des solutions aqueuses de glucose placées à l'intérieure du tube.	- 141 -
Figure III. 38: Les résultats de simulations et de mesures des solutions aqueuses de glucose placées à l'intérieure du tube.	- 142 -
Figure III. 39: Grille d'erreur de Clarke [28].	- 143 -
Figure III. 40: Concentration en glucose ciblée en fonction de celle obtenue g/L.	- 143 -
Figure A. 1: Schéma de mesure en espace libre.	- 155 -
Figure B. 1: La sonde coaxiale 85070E [4].	- 157 -
Figure B. 2: Les trois sondes disponibles dans le kit N1501A.	- 158 -
Figure B. 3: Procédure suivie pour la calibration de la sonde Agilent 85070E.....	- 159 -
Figure C. 1: Structures de guides avec ouvertures: (a) au-dessus-dessous, (b) Horizontalement.....	- 160 -
Figure C. 2: Coefficients des transmissions du guide d'onde WR284 avec ouverture au-dessus-dessous.	- 160 -
Figure C. 3: Coefficients des transmissions du guide d'onde WR284 avec ouverture à gauche et à droite.....	- 161 -

Introduction générale

Depuis une vingtaine d'années, le développement des capteurs permettant l'analyse d'échantillons biologiques (sang, cellules, urines,...) a connu un intérêt croissant et remarquable. Différentes techniques de détection utilisées se basent sur des méthodes chimiques, enzymatiques, optiques ou encore électriques. L'utilisation des techniques de la microélectronique dans le domaine des biocapteurs permet en particulier d'envisager des productions massives à faible coût, rapide et fiable. Les capteurs électroniques RF prennent de l'importance notamment pour les applications biomédicales. Des mesures précises des propriétés de divers substances sont nécessaires pour un certain nombre d'applications comme par exemple la chimie industrielle, la médecine, les mesures scientifiques ou encore l'étude de divers phénomènes physiques [1-3]. Pour répondre à ce besoin croissant, un grand assortiment de techniques de mesures est proposé dans la littérature [4-7]. Une des applications les plus importantes de ces techniques concerne la mesure de la concentration du glucose dans le sang [8]. En effet, plus de 8% de la population mondiale souffre de diabète [9].



Le diabète résulte de difficultés pour le métabolisme à gérer convenablement l'assimilation, l'utilisation et le stockage des sucres apportés par l'alimentation. Cela se traduit par exemple par un taux de glucose anormalement élevé dans le sang. Il n'existe pas de médicaments pour guérir du diabète, le seul traitement consiste à maintenir son niveau de glucose dans le sang (glycémie) autour de valeurs raisonnables, en adaptant son régime

alimentaire par exemple. Pour ce faire, les patients ont besoin d'appareils leur permettant de connaître leur glycémie. Actuellement, tous les glucomètres utilisés effectuent des mesures invasives, c'est-à-dire qu'ils nécessitent un échantillon de sang. Ainsi, les personnes diabétiques doivent se piquer périodiquement pour bien surveiller et connaître leur taux de sucre dans le sang.

Aucun patient ne plaidera contre un geste moins douloureux pour mesurer sa glycémie. Depuis bon nombre d'années, l'ensemble des patients diabétiques, et particulièrement ceux traités par insuline, réclament une lecture non invasive de leur glycémie et, si possible, en continu. Obtenir un tel capteur est l'objectif de cette thèse, même s'il existe actuellement sur le marché différents appareils permettant de réaliser des mesures de glycémie. Dans ce contexte nous allons exploiter l'interaction entre les ondes électromagnétiques hyperfréquences et les liquides biologiques pour réaliser des biocapteurs de glucose en solution aqueuse avec comme application la détermination du taux de glycémie dans le sang humain.

Actuellement, Il existe plusieurs méthodes pour mesurer le taux de glucose dans le sang humain. Une de ces méthodes consiste à effectuer des prélèvements sanguins. Ces prélèvements sont placés dans des tubes à essai et analysés au laboratoire par voie physico-enzymatique. L'idée est d'utiliser un tube à essai standard tels que ceux utilisés au CHRU de Brest [10,11] et de le remplir d'une solution aqueuse de glucose pour détecter sa concentration. L'interaction entre le champ électromagnétique et la solution (eau/glucose) à mesurer peut être observée en mesurant les variations des paramètres S.

La réponse électromagnétique d'un échantillon de sang humain ne donne pas uniquement la concentration de glucose, mais aussi des autres molécules présentes dans le sang. Cela rend la mesure très complexe dans un milieu tel que le sang humain. Pour cette raison et afin de simplifier le problème, nous allons remplacer le sang par des solutions aqueuses de glucose afin d'identifier la signature du glucose seul.

La propagation d'une onde électromagnétique dans un matériau dépend de ses propriétés électriques et magnétiques. La connaissance précise de ces propriétés est extrêmement importante pour fournir des informations nécessaires pour la conception et la fabrication des capteurs. La permittivité des liquides est un paramètre essentiel pour la compréhension des mécanismes de couplage fluide/champ électromagnétique qui existent dans les biocapteurs microondes. Comme la valeur des permittivités dépend fortement de la

température et des fréquences de mesure qui sont imposées par le type d'application utilisée, il est nécessaire de développer des modèles de caractérisation capables de caractériser les solutions étudiées à la fréquence et à la température désirées.

Ce manuscrit se décomposera en trois chapitres :

Dans le chapitre I, nous présenterons des techniques usuelles pour le dosage du glucose dans le sang humain. Puis nous présenterons un état de l'art des capteurs existants pour la détection du taux de glycémie dans le sang humain. Cela nous permettra de mieux aborder la complexité du milieu et de la solution envisageable. La seconde partie présente un état de l'art des techniques hyperfréquences pour l'analyse des matériaux diélectriques. Nous présentons par la même occasion une liste de travaux préliminaires sur les dispositifs hyperfréquences dédiés à la mesure de la concentration du glucose dans des solutions aqueuses. La dernière partie est consacrée à la présentation générale des matériaux diélectriques et des phénomènes de relaxation et de polarisation associés.

Dans le chapitre II, nous commencerons par analyser et interpréter l'interaction entre le champ électromagnétique et la solution à étudier, afin de développer des modèles qui permettent d'identifier la nature de cette solution. Ensuite, des données expérimentales effectuées pour l'eau pure et pour des solutions aqueuses de glucose sont présentées. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous présenterons les nouveaux modèles numériques proposés, ainsi qu'une comparaison avec l'état de l'art et des nouvelles données expérimentales afin de valider ces modèles.

Dans le chapitre III, nous commencerons d'abord par choisir la configuration technologique la mieux adaptée, les tubes et les liquides diélectriques à utiliser pour réaliser l'accord. Nous présenterons dans la suite, l'accordabilité de la fréquence de résonance d'un stub quart d'onde, ainsi que celle d'un résonateur DBR (Dual Behavior Resonator). La dernière partie de ce chapitre est consacrée à la structure volumique d'un guide d'onde rectangulaire.

Enfin, la conclusion générale reprendra les différents résultats clés obtenus lors de nos travaux et tirera des perspectives qu'ouvrent nos recherches.

Bibliographie de l'introduction générale

- [1]. K. Saeed, A. C. Guyette, I. C. Hunter, and R. D. Pollard, "Microstrip resonator technique for measuring dielectric permittivity of liquid solvents and for solution sensing," IEEE/MTT-S International Microwave Symposium, pp. 1185–1188, 2007.
- [2]. E. Nyfors and P. Vainikainen, "Industrial microwave sensors," Artech House, 1994.
- [3]. E. Benoit, et al., "Applicability of dielectric measurements in the field of pharmaceutical formulation," Bioelectrochemistry and bioenergetics, vol. 40, no. 2, pp. 175–179, 1996.
- [4]. S. Seo, et al., "High frequency wideband permittivity measurements of biological substances using coplanar waveguides and application to cell suspensions," in Microwave Symposium Digest, IEEE MTT-S International, pp. 915–918, 2008.
- [5]. K. Joshi and R. Pollard, "Microstrip resonator technique for non-destructive moisture/permittivity measurement," in Microwave Symposium Digest, IEEE MTT-S International, vol. 4, pp. 1863–1866, IEEE, 1999.
- [6]. D. Piscarreta and K.-W. Tam, "Miniaturized microstrip square loop resonator probe for solution sensing," in Microwave Conference Proceedings, Asia-Pacific Conference Proceedings, vol. 1, pp. 3–pp, IEEE, 2005.
- [7]. D. L. Diedhiou, et al., "Etude de filtres millimétriques accordables en technologie microfluidique," in 17èmes Journées Nationales Microondes, 2011.
- [8]. B. Potelon et al., "Electromagnetic signature of glucose in aqueous solutions and human blood," in MEMSWAVE Conference, France., pp. 7–4, 2014.
- [9]. J.-C. Chien, et al., "A microwave reconfigurable dielectric-based glucose sensor with 20 mg/dl sensitivity at sub-nl sensing volume in cmos," in IEEE MTT-S Int. Microw. Symp. Dig, 2015.
- [10]. Les tubes Vacuette® Sérum, Greiner Bio-One, www.gbo.com.
- [11]. Centre Hospitalier Regional Universitaire de Brest. <https://www.chu-brest.fr/fr>

Chapitre I : Caractéristiques Du Capteur De Glucose Et Etat De L'art

Sommaire

Chapitre I : Caractéristiques Du Capteur De Glucose Et Etat De L'art.....	17
1.1. Introduction.....	19
1.2. Méthodes usuelles pour le dosage du glucose dans le sang humain	20
1.2.1. Les méthodes chimiques	20
1.2.2. Les méthodes enzymatiques.....	21
1.2.3. Exemples de systèmes d'analyse du glucose dans le sang	22
1.2.4. Caractéristique du capteur de glucose.....	25
1.2.5. Complexité du milieu et Solution envisageable.....	26
1.3. Techniques de mesures hyperfréquences des matériaux diélectriques	28
1.3.1. Techniques de mesure en réflexion.....	28
a) Sonde coaxiale	28
b) Guide d'onde volumique.....	29
1.3.2. Techniques de mesure en transmission.....	30
a) Cellule en ligne coaxiale	30
b) Guide d'onde volumique.....	31
c) Ligne de transmission chargée.....	33
d) Espace libre.....	34
1.3.3. Dispositifs résonants	35
a) Cavités résonantes.....	35
b) Résonateurs diélectriques.....	36
1.4. Généralités sur les matériaux diélectriques.....	37
1.4.1. Phénomène de polarisation	38
1.4.2. Permittivité diélectrique.....	40
1.4.3. Etude théorique sur les modèles diélectriques du liquide	42
a) Relaxations du type Debye	42
b) Distribution des temps de relaxation.....	43
c) Effet de la température sur le temps de relaxation.....	46
d) Les modèles précédents de la permittivité complexe.....	47
1.5. Synthèse	50
1.6. Conclusion	53
Bibliographie du chapitre I.....	55

1.1. Introduction

Les capteurs microondes prennent de l'importance notamment pour les applications biomédicales. Des mesures précises des propriétés de diverses substances sont nécessaires pour un certain nombre d'applications comme par exemple la chimie industrielle, la médecine ou encore l'étude de divers phénomènes physiques [1-3].

Pour répondre à ce besoin croissant, un grand assortiment de techniques de mesures est proposé dans la littérature [4-7]. Une des applications les plus importantes de ces techniques concerne la mesure de la concentration du glucose dans le sang [8]. Le glucose est l'un des composés les plus dosés dans le domaine médical [9]. Le traitement du diabète nécessite, par exemple, une détermination régulière de la glycémie des patients. En effet, plus de 8% de la population mondiale souffre de diabète [10].

Les capteurs de glucose ont considérablement évolué depuis leur origine jusqu'à ceux actuellement disponible sur le marché. Les techniques exploitées pour chaque modèle de glucomètre peuvent être réparties en deux groupes, chimique et enzymatique. La majorité des capteurs disponibles de nos jours effectuent des mesures invasives, c'est-à-dire qu'ils nécessitent un échantillon de sang. Ainsi, les personnes diabétiques doivent se piquer périodiquement pour bien surveiller et connaître leur taux de sucre dans le sang. D'autres techniques sans pique du bout du doigt (mesure en continu) ont été développées, mais toutes ces techniques restent invasives avec des effets secondaires sur la santé. Il est aussi nécessaire d'utiliser des techniques simples, rapides et sans contact pour simplifier la détection du taux de glycémie pour les personnes souffrant de diabète.

Dans ce contexte nous nous sommes attardé sur l'interaction des ondes électromagnétiques avec des liquides biologiques afin de réaliser des biocapteurs de glucose en solution aqueuse avec comme application la mesure du taux de la glycémie dans le sang humain. Différentes méthodes microondes sont utilisées pour la mesure des propriétés diélectriques des matériaux. Le choix des méthodes de mesure dépend de plusieurs paramètres, la fréquence d'utilisation et la bande de fréquence (large bande, bande étroite), la nature du matériau (liquide, solide,...), l'altération du matériau apportée par la caractérisation (méthode destructive ou non destructive), la forme de l'échantillon nécessaire pour la

caractérisation, la structure du matériau (homogène ou hétérogène) et des paramètres électriques recherchés (permittivité diélectrique, perméabilité magnétique, ...).

L'objectif de ce premier chapitre est d'aborder dans un premier temps, les méthodes existantes pour le dosage du glucose dans le sang humain avant de présenter un bref état de l'art des capteurs existants pour la détection du taux de glycémie dans le sang humain. Cet état de l'art a permis de mieux aborder la complexité du milieu et de la solution envisageable.

Le second paragraphe présente un état de l'art des techniques hyperfréquences pour l'analyse des matériaux diélectriques. Nous présentons par la même occasion une liste non-exhaustive de travaux préliminaires sur les dispositifs hyperfréquences dédiés à la mesure de la concentration du glucose dans des solutions aqueuses. Le dernier paragraphe est consacré à la présentation générale des matériaux diélectriques et des phénomènes de relaxation et de polarisation associés.

1.2. Méthodes usuelles pour le dosage du glucose dans le sang humain

Afin de déterminer la concentration du glucose dans le sang, de nombreuses techniques existent. Ces techniques peuvent être rangées en deux catégories :

1.2.1. Les méthodes chimiques

Les méthodes chimiques consistent à mettre le glucose en présence d'un réactif. La première technique, photométrique, détermine la concentration en glucose par mesure de l'absorbance de la solution à une longueur d'onde donnée (voir Figure I.1.a).

La deuxième technique, ampérométrique, détermine la concentration en glucose par mesure de micro-courants lors d'une réaction d'oxydoréduction. L'échange d'électrons lié à la réaction d'oxydoréduction, qui a lieu entre le médiateur réduit et l'électrode, crée un courant dont l'intensité permet de connaître la concentration originelle en glucose.

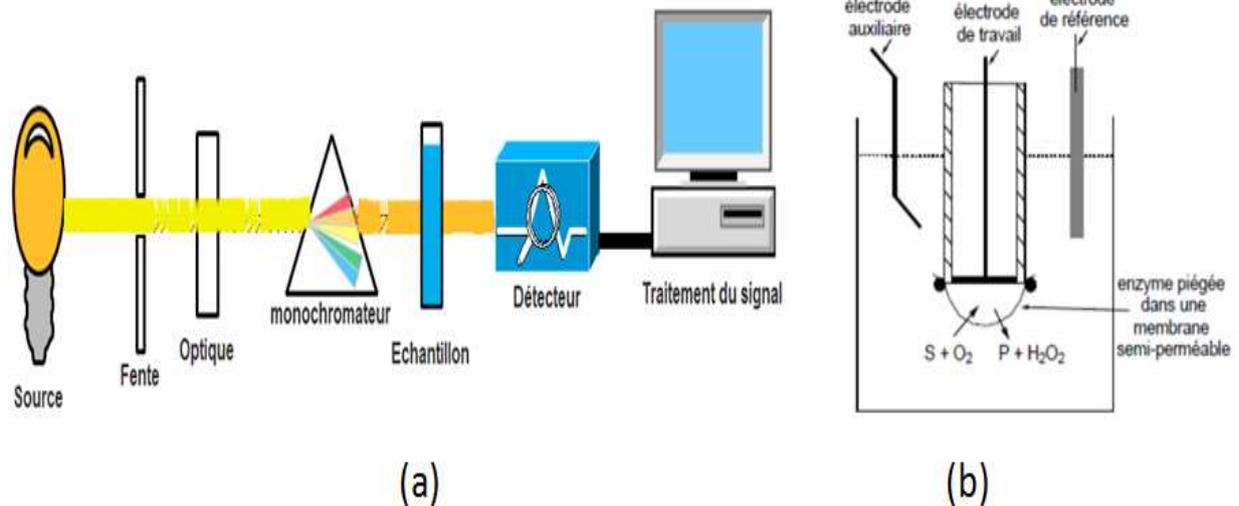


Figure I. 1 : (a) La méthode photométrique, (b) la méthode ampérométrique pour déterminer la concentration en glucose [11, 12].

1.2.2. Les méthodes enzymatiques

Les méthodes enzymatiques fonctionnent de la même manière que les méthodes chimiques vues précédemment. La seule différence est la présence d'une enzyme dans la solution. Celle-ci catalyse la réaction entre le réactif et le glucose. De nouveau, deux techniques, photométriques ou ampérométriques, peuvent être utilisées pour déterminer la concentration en glucose [13].

La réaction enzymatique est une réaction d'oxydoréduction catalysée par une enzyme. Le glucose (réducteur) est mis en présence d'un oxydant (médiateur). La forme réduite du médiateur diffuse dans la bandelette jetable du dispositif vers un indicateur où une nouvelle réaction d'oxydoréduction a lieu, permettant de régénérer la forme oxydante du médiateur. L'indicateur peut être un composé chimique qui réagit avec la forme réduite du médiateur. Dans ce cas, la réaction de l'indicateur avec la forme réduite du médiateur produit un composé coloré qui est ensuite dosé par photométrie à une longueur d'onde donnée.

Lorsque la concentration du produit est connue, nous pouvons, à partir de la stœchiométrie de la réaction, trouver la concentration en glucose de la solution initiale. Le principe du dosage du glucose par méthode enzymatique est présenté dans la Figure I.1.b, II.2.

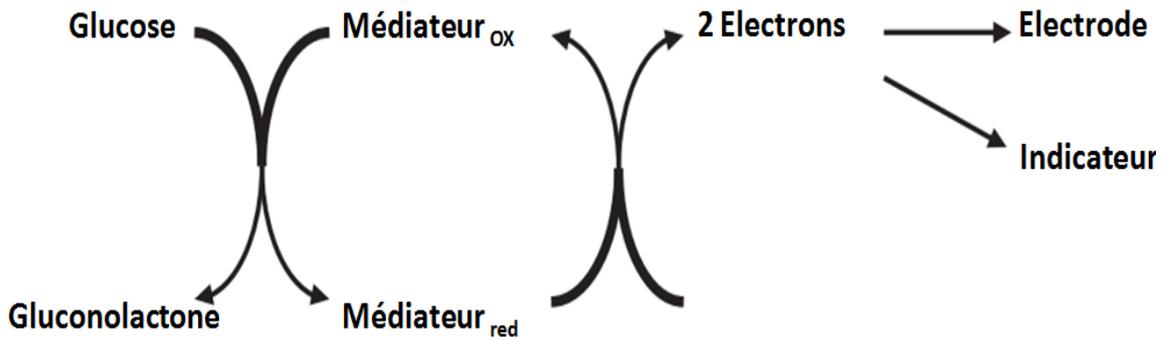


Figure I. 2: Représentation synthétique des réactions enzymatiques à la base de la mesure de la concentration en glucose en solution et/ou dans le sang [14].

Ces méthodes sont utilisées dans deux situations différentes: les techniques utilisées dans les laboratoires (Figure I.3) et les techniques implémentées dans les lecteurs de glycémie portables (cf. Tableau I.1).



Figure I. 3: Lecteur glycémie utilisé dans les laboratoires [15].

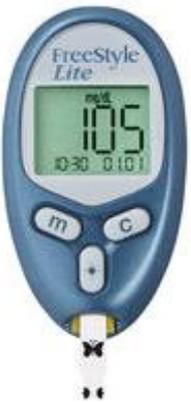
Les techniques employées au laboratoire utilisent les deux méthodes chimiques et enzymatiques, par contre les lecteurs de glycémie portables fonctionnent tous exclusivement sur des méthodes enzymatiques.

1.2.3. Exemples de systèmes d'analyse du glucose dans le sang

Les lecteurs de glycémie sont de petits appareils portatifs vendus dans le commerce que les patients atteints de diabète gardent avec eux. Les personnes diabétiques se piquent le doigt quotidiennement grâce à un lecteur leur permettant de connaître leur taux de glycémie. La goutte de sang d'environ 1 μ L est alors placée sur une bandelette sur laquelle a lieu la réaction.

Nous vous présentons quelques capteurs de glucose disponibles sur le marché. Cette liste n'est pas exhaustive mais fait seulement part des dispositifs les plus connus et utilisés au cours de la dernière décennie.

Tableau I. 1: Les dispositifs de glycémie les plus connus au cours de la dernière décennie.

#	Capteur	Système	#	Capteur	Système
1	Accu-chek Advantage		4	Accu-Chek Aviva	
2	OneTouch Ultra		5	Precision Xtra	
3	FreeStyle		6	Acensia Contour	

Les différentes techniques enzymatiques exploitées pour chaque modèle de glucomètre commercial pour la détermination de la concentration en glucose sur des échantillons de sang humain sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau I. 2: Les différentes techniques enzymatiques utilisées dans des glucomètres commerciaux [14].

Glucomètre	Enzyme	Coenzyme	Médiateur	Indicateur
Accu-Ceek Avantage	GOD	FAD	Hexacyanoferrate III/hexacyanoferrate II	Palladium Electrode
OneTouch Ultra	GOD	FAD	Hexacyanoferrate III/hexacyanoferrate II	Caron Electrode
FreeStyle	GDH (GlucDOR)	PQQ	Osmium	Electrode
Accu-Chek viva	GDH (GlucDOR)	PQQ	Quinoneimine/ phenylendiamine	Gold Electrode
Precision Xtra	GDH	NAD	Phenanthroline quinone	Electrode
Ascensia Contour	GDH	FAD	Hexacyanoferrate III/hexacyanoferrate II	Palladium Electrode

Avec, GOD: Glucose oxidase ; GDH: Glucose dehydrogenase; FAD: flavin adenine dinucleotide; GlucDOR : glucose dye oxidoreductase; NAD: nicotinamide adenine dinucleotide; PQQ: pyrrolo quinoline quinone.

Autres types de capteurs de glucose invasives sans piqure du bout du doigt sont présentés ci-dessous:

GlucoWatch:



Figure I. 4: Appareil GlucoWatch pour détecter la glycémie [16].

Un dispositif appelé GlucoWatch a été commercialisé en 2002, mais le dispositif a été arrêté parce qu'il causait une irritation de la peau.

Le système minimed :

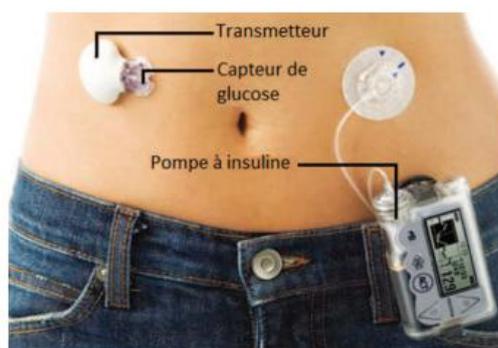


Figure I. 5: Le système minimed pour détecter le taux du glucose dans le sang [17].

Il s'agit d'un petit capteur qui mesure le taux de glucose en continu. Il est placé sous la peau pendant 6 jours. Comme les cathéters, le capteur est inséré à l'aide d'un inséreur automatique fourni avec. Le capteur est raccordé à un transmetteur, petit et léger, qui transmet les valeurs de glucose à la pompe à insuline grâce à une technologie sans-fil (radio-fréquence). Ce système est encore invasif [17].

Freestyle Libre :

Freestyle Libre est un nouveau lecteur de glycémie (invasif) proposé par le laboratoire Abbott qui révolutionne les lancettes utilisées pour les prélèvements de sang au bout des doigts qui sont dorénavant remplacées par un capteur, à la forme d'un patch, qui se place sur la peau durant deux semaines [18].

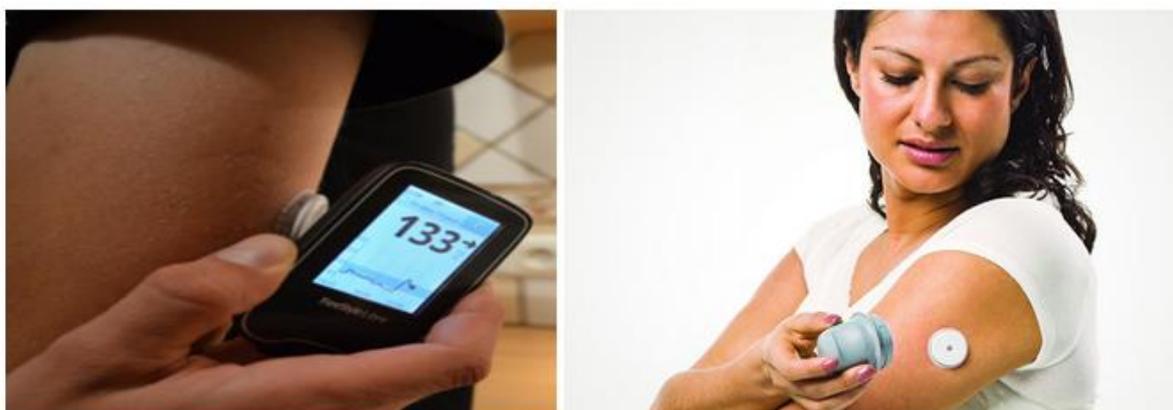


Figure I. 6: Lecteur de glycémie 'Freestyle Libre' [18]

1.2.4. Caractéristique du capteur de glucose

Suivant les technologies, les glucomètres présentent des caractéristiques diverses parmi lesquelles [19] :

- La résolution : définit la plus petite variation de glucose détectable. Cette caractéristique est conditionnée à la sensibilité liant le paramètre physique lu par le lecteur à la concentration de glucose.
- La spécificité : cette notion désigne l'aptitude ou non du capteur à réagir à d'autres grandeurs que celle dont on cherche à connaître la valeur. Par exemple, pour les capteurs de glucose traditionnels, on parle de non-spécificité lorsque le capteur réagit à la présence d'autres oses (c'est-à-dire de sucres) en solution. C'est une caractéristique importante des glucomètres car le sang est composé de nombreux constituants dont la concentration peut varier (voir Figure I.7).

- L'invasivité pour l'échantillon à analyser : qui définit si l'échantillon de sang à analyser est consommé ou altéré lors de la mesure. C'est une propriété importante car elle autorise ou interdit des analyses en cascade sur un même échantillon.
- La fiabilité de la mesure : qui fait écho à la résolution et qui, avec le prix, va définir l'existence ou non d'un segment commercial.

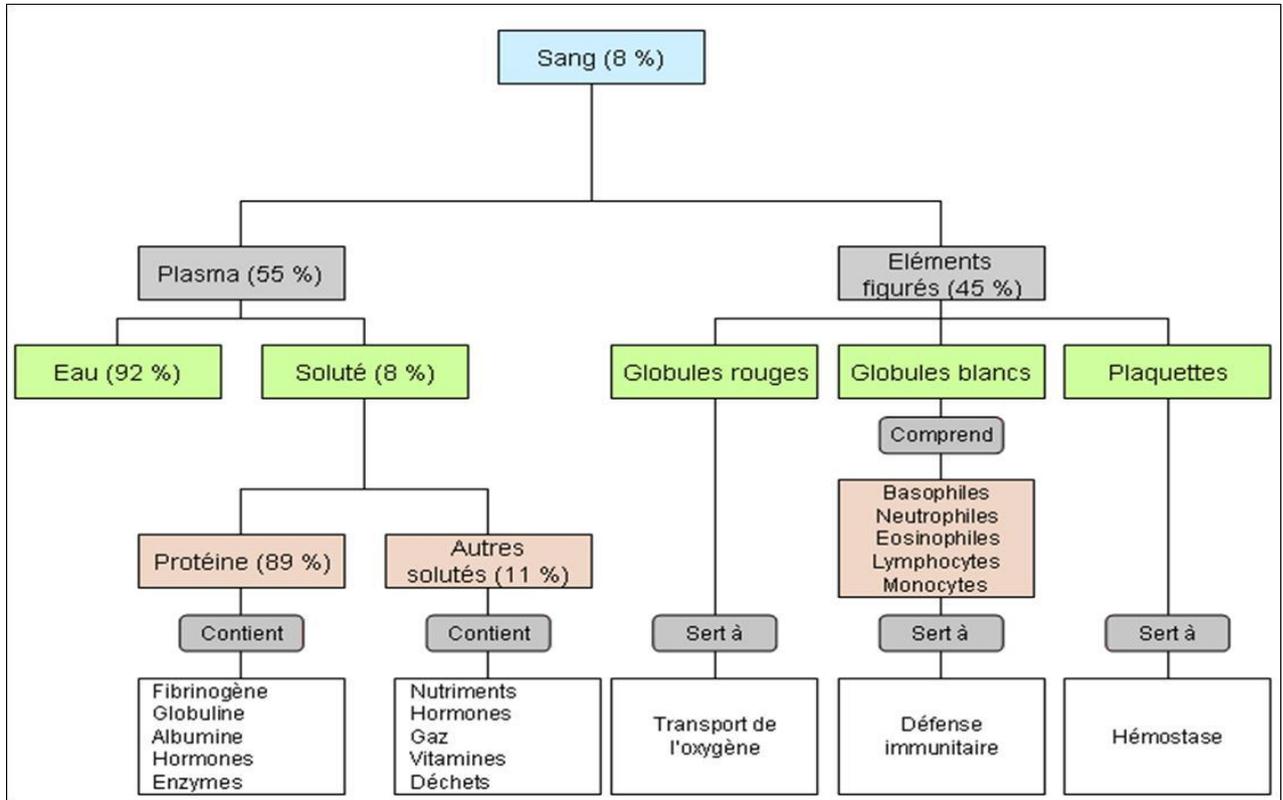


Figure I. 7: Les composants de sang [20].

1.2.5. Complexité du milieu et Solution envisageable

L'objectif de nos travaux de recherche est d'utiliser le principe d'interaction des ondes électromagnétiques hyperfréquences avec des fluides pour détecter le taux de glycémie dans le sang humain.

La technique hyperfréquence que nous proposons présente un avantage par rapport aux techniques classiques : elle ne dégrade pas les échantillons à mesurer. Chaque échantillon peut alors être mesuré plusieurs fois, pour faire de la redondance, de l'analyse en temps réel. En effet, l'analyse de liquides repose sur une interaction onde/matière et ne requiert donc aucune enzyme, aucun réactif, aucun biomarqueur. Ces caractéristiques de la mesure hyperfréquence, associées à d'autres paramètres comme la dimension des structures, le volume de fluide nécessaire, la rapidité des mesures hyperfréquences (de l'ordre de quelques

secondes à quelques dizaines de secondes), constituent des techniques efficaces pour des applications de type biocapteur.

Nous comparons dans le tableau I.3, les caractéristiques des lecteurs de glycémie (glucomètre) et des techniques d'analyse hyperfréquences sur les liquides.

Tableau I. 3: Comparaison entre les caractéristiques des glucomètres commerciaux et des techniques hyperfréquences sur les liquides [19].

	Résolution sur glucose [g/l]	Volume des échantillons	Rapidité de la mesure	Spécificité	Impact sur les échantillons
Glucomètre	0.02 à 0.03 g/l	1 ul	Quelques Secondes	Bonne (sauf à certains oses)	Destructifs
Techniques hyperfréquences	Non spécifique a priori	de nl à plusieurs cl	Quelques Secondes	Non spécifique a priori	Non destructifs

D'après ce tableau, nous remarquons qu'il y a des points communs entre les deux techniques (glucomètre commercial et technique hyperfréquences) concernant les volumes d'échantillons nécessaires pour effectuer une analyse, ainsi que le temps nécessaire pour la caractérisation.

Comme nous l'avons déjà mentionné, les méthodes classiques de détermination de la concentration en glucose dépendent de techniques chimiques ou enzymatiques. Elles sont donc destructrices pour l'échantillon sous test puisqu'elles mettent le glucose en présence d'un composé qui réagit avec lui. Par contre, les techniques hyperfréquences reposent sur une interaction onde/matière. Elles possèdent donc l'avantage de laisser intacts les échantillons de liquide sous test permettant ainsi d'envisager des caractérisations en cascade (glucose, lactate, ...) avec un même échantillon qui peut alors être mesuré plusieurs fois.

La réponse électromagnétique d'un échantillon de sang humain ne donne pas uniquement la concentration de glucose, mais aussi des autres éléments présents dans le sang tels que le calcium, le chlorure, le potassium, le magnésium, ... (Figure I.7). Cela explique la complexité du milieu du sang humain. Pour cette raison et afin de simplifier le problème,

nous allons remplacer le sang par des liquides diélectriques ayant une sensibilité importante au champ électromagnétique.

En ce qui concerne la sensibilité, nous notons que l'eau, et par conséquent les solutions aqueuses, montrent une forte réactivité au champ électromagnétique dans le domaine hyperfréquence, et en particulier dans la bande de fréquence entre 1 et 40 GHz, d'où un maximum d'absorption des ondes électromagnétiques existe dans cette bande de fréquence [21, 22]. Cette propriété justifie l'intérêt des systèmes hyperfréquences pour mener des analyses et caractérisations de liquides.

1.3. Techniques de mesures hyperfréquences des matériaux diélectriques

La conception de circuits et de capteurs hyperfréquences nécessitent la connaissance des propriétés des matériaux, comme la permittivité relative complexe ϵ_r^* . Différentes méthodes sont utilisées pour la mesure des propriétés diélectriques des matériaux. Le choix des méthodes de mesure dépend de plusieurs paramètres, de la fréquence d'utilisation et de la largeur de la bande de fréquences (large, étroite, ...), de la nature du matériau, de la forme de l'échantillon nécessaire pour la caractérisation et des paramètres électriques recherchés (permittivité, perméabilité, conductivité, ...). Les techniques de mesures des propriétés diélectriques de matériaux ont été étendues à la caractérisation de liquides, pour permettre la modélisation de ces matériaux, et aussi pour le développement de biocapteurs hyperfréquences.

Cette partie est consacrée à une présentation générale des différentes techniques de mesures hyperfréquences que nous avons classées en trois catégories :

- Les techniques réflectométriques
- Les techniques en transmission
- Les techniques résonantes.

1.3.1. Techniques de mesure en réflexion

a) Sonde coaxiale

Les sondes coaxiales sont largement utilisées pour la caractérisation des milieux semi-solides ou liquides et sont bien adaptées à la nature des milieux biologiques qui présentent des pertes diélectriques élevées de par leur nature fortement aqueuse [23].

Cette méthode est actuellement l'une des techniques les plus utilisées pour mesurer la permittivité diélectrique complexe des matériaux à la température ambiante ainsi qu'à des températures élevées, et en très large bande de fréquences grâce au mode d'excitation TEM de la sonde coaxiale.

La procédure de mesure consiste à immerger la sonde dans un échantillon liquide ou à la poser en contact direct avec un échantillon solide. Le coefficient de réflexion est mesuré à l'aide d'un analyseur de réseau. La permittivité complexe de l'échantillon est ainsi calculée.

L'échantillon à mesurer doit être homogène et suffisamment épais pour que le champ EM à l'extrémité de la sonde coaxiale soit confiné dans l'échantillon et que la surface en contact avec la sonde soit plane. Cette technique est plus particulièrement dédiée à la caractérisation d'échantillons liquides [24].

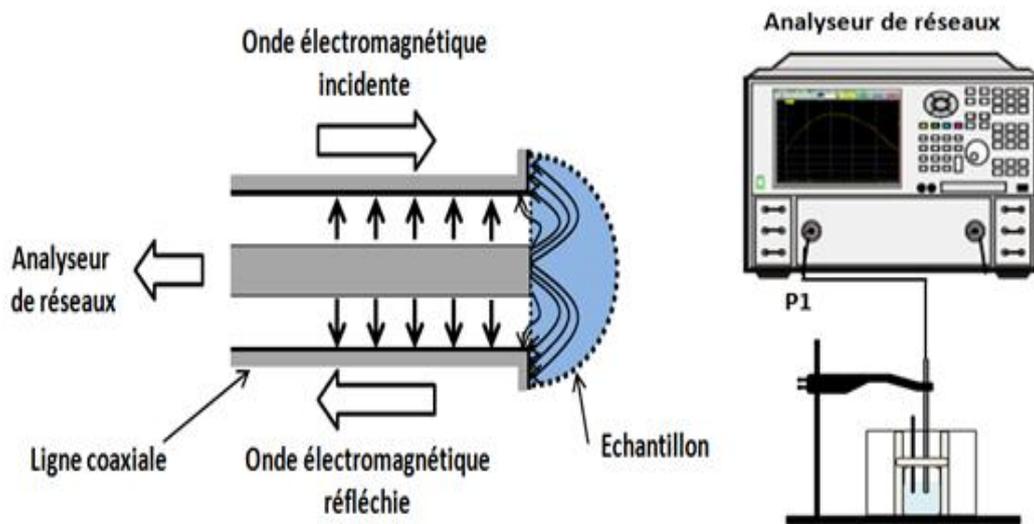


Figure I. 8: Technique en réflexion : Schéma de mesure en sonde coaxiale.

b) Guide d'onde volumique

La Figure I.9 décrit le principe de mesure avec le guide d'onde rectangulaire et le système d'excitation du champ électromagnétique à un seul port (détermination du paramètre 'S11'). A l'autre extrémité du guide, la réactance et la conductance équivalentes du matériau sous test perturbent la réflexion au niveau de la sortie du guide d'onde en circuit ouvert.

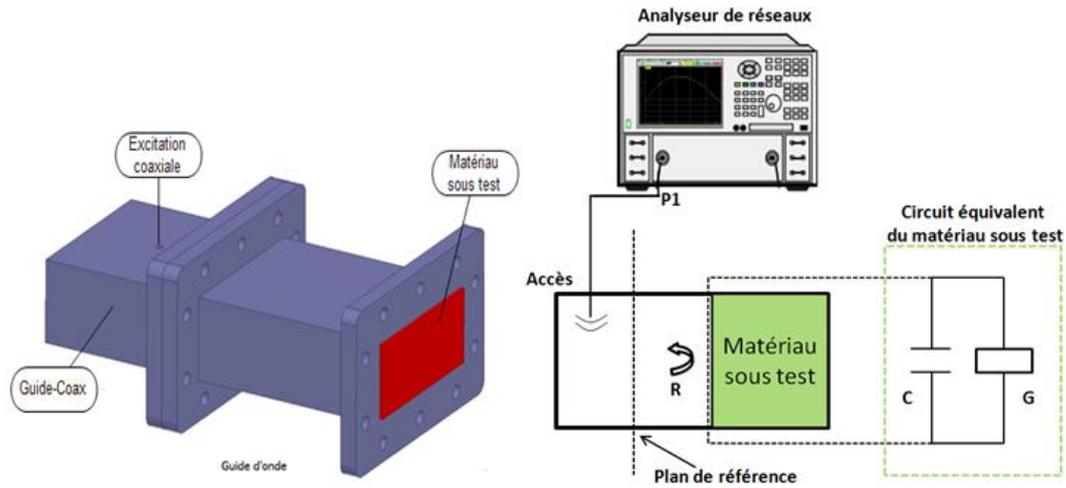


Figure I. 9: Technique en réflexion : Schéma de mesure en guide d'onde.

Les guides d'onde volumiques sont cependant moins utilisés que les lignes coaxiales car ils présentent des largeurs de bande fréquentielle plus faibles et sont plus volumineux ce qui requiert des volumes de fluides sous test plus importants [25, 26].

1.3.2. Techniques de mesure en transmission

a) Cellule en ligne coaxiale

Dans cette méthode, le matériau à caractériser est inséré à l'intérieur de la ligne coaxiale. La caractérisation simultanée de la permittivité diélectrique et de la perméabilité complexe s'effectue sur la bande de fréquences où se propage le mode fondamental TEM. La bande adressée dépend à la fois de la géométrie de la ligne et des propriétés électromagnétiques du matériau remplissant cette dernière. Elle s'étend jusqu'à la fréquence de coupure du premier mode d'ordre supérieur [27].

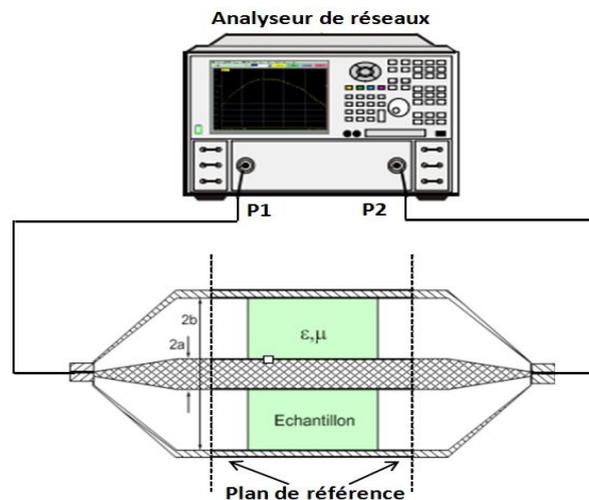


Figure I. 10: Technique en transmission : Schéma de mesure en ligne coaxiale.

Les paramètres S de réflexion et de transmission du matériau sous test sont obtenus à partir de la résolution des conditions de continuité du champ électromagnétique sur chacune des interfaces de l'échantillon. La permittivité diélectrique du matériau à caractériser est déterminée à partir des paramètres S mesurés [27-29].

La mesure des paramètres S du matériau sous test nécessite un étalonnage préalable de type SOLT. Un court-circuit (Short), un circuit ouvert (Open) et une charge adaptée (Load) sont placés aux extrémités des câbles de connexion pour corriger la phase des paramètres S et éliminer les erreurs systématiques dues aux instruments de mesure.

Cette cellule de mesure impose des contraintes sévères sur la forme des échantillons (forme torique) et sur leur qualité d'usinage et de surfacage. Les coûts de réalisation des échantillons peuvent de fait être relativement élevés. De plus, la présence d'un matériau de grand volume à l'intérieur de la cellule limite fortement la largeur de bande d'utilisation de la méthode en ligne coaxiale car les fréquences d'apparition des modes d'ordre supérieur sont basses.

b) Guide d'onde volumique

Le principe de mesure dans cette technique consiste à placer les échantillons (les matériaux à caractériser) à l'intérieur du guide pour effectuer les mesures de ses caractéristiques diélectriques. Un analyseur de réseaux permet de mesurer sur une large bande de fréquences les coefficients de réflexion et, éventuellement, de transmission permettant ainsi de déduire les propriétés électromagnétiques (ϵ_r , μ_r) du matériau [30-39].

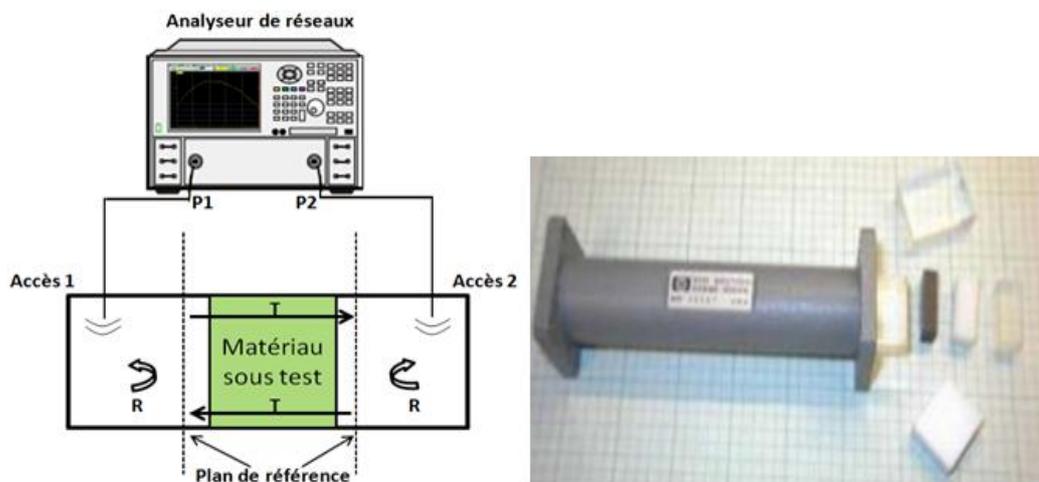


Figure I. 11: Schéma de mesure en guide d'onde rectangulaire.

Dans un guide d'onde rectangulaire, les modes TE et TM se propagent à partir d'une certaine fréquence, dite fréquence de coupure, dont l'expression en fonction de la largeur a et de la hauteur b de la section du guide d'onde est donnée par l'équation (E I.1).

$$f_{c_{mn}} = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r \mu_r}} \sqrt{\left(\frac{m}{2a}\right)^2 + \left(\frac{n}{2b}\right)^2} \quad (\text{E I.1})$$

où $f_{c_{mn}}$ est la fréquence de coupure pour chaque mode désigné par un couple d'indices (m , n), c est la vitesse de la lumière dans le vide, ϵ_r est la permittivité diélectrique relative et μ_r est la perméabilité magnétique relative du milieu remplissant le guide d'onde.

Dans l'analyse électromagnétique de la cellule de mesure, on suppose que seul le mode fondamental TE₁₀ est présent le long du guide. Pour cela, les dimensions de ce dernier sont adaptées au fonctionnement monomode de la structure de propagation. Nous présentons dans le tableau suivant les caractéristiques de plusieurs guides d'ondes rectangulaires en fonction de leurs bandes monomodes.

Tableau I. 4: Les caractéristiques de plusieurs guides d'ondes rectangulaires en fonction de leurs bandes monomodes.

Bande	Nom	Largeur (mm)	Hauteur (mm)	f_c (GHz)	f_{\min} (GHz)	f_{\max} (GHz)
L	WR-50	165.1	82.55	0.908	1.12	1.7
S	WR-284	72.14	34.03	2.078	2.60	3.95
C	WR-159	37.85	15.8	3.301	5.85	8.2
X	WR-90	22.86	10.16	6.557	8.20	12.4
Ku	WR-62	15.80	7.90	9.486	12.4	18
K	WR42	10.67	4.32	14.047	18	26.5

Nous notons au passage que lorsque la fréquence augmente (surtout au delà de 10 GHz), les dimensions du guide deviennent trop faibles. Il faut par conséquent prendre en compte les dimensions de l'échantillon à mesurer pour choisir la bande de fréquence du guide d'onde à adresser.

Cette technologie est souvent utilisée pour déterminer la concentration du glucose en solution aqueuse [24]. Le premier dispositif hyperfréquence à utiliser cette technique était basé sur une ligne coplanaire à MEMS distribués [40] avec un canal micro-fluidique en polymère déposé perpendiculairement sur la ligne coplanaire. D'autre structure à base de guide d'onde pour des applications capteurs optiques sont étudiées pour détecter des solutions avec différentes concentrations de glucose [41].

c) Ligne de transmission chargée

Cette technique permet de caractériser les matériaux diélectriques déposés sur la ligne de transmission large bande. A partir du coefficient de transmission, on détermine les propriétés diélectriques du matériau sous test [42, 43]. Cette technique est particulièrement adaptée à la caractérisation des échantillons solides isotropes. La Figure I.12 montre la structure de la ligne de transmission chargée par un échantillon.

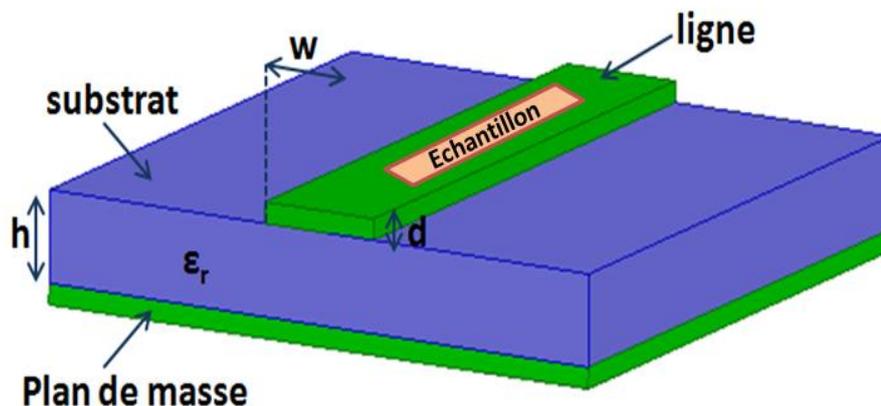


Figure I. 12: Ligne microruban: Technologie planaire.

Les mesures des paramètres S permettent de déterminer les propriétés diélectriques du matériau en utilisant un modèle théorique de la ligne microruban. Dans un premier temps, il est nécessaire d'étalonner les paramètres du modèle théorique en mesurant la structure à vide (sans échantillon), pour ensuite mesurer les réponses électromagnétiques avec échantillon. Cette méthode est très utilisée pour caractériser les matériaux sur une très large bande de fréquence. Dans ce cas, l'échantillon est déposé à la surface d'une ligne microruban ou coplanaire [42, 43].

La technologie microruban est plus largement utilisée dans les applications biomédicales. Parmi les applications notables de ces techniques, la mesure de la

concentration du glucose dans le sang humain et dans des solutions aqueuses a fait l'objet de nombreux travaux de recherche [24, 44-49].

d) Espace libre

Cette méthode fait partie des méthodes de caractérisations non destructives et sans contact. Le principe de la méthode en espace libre est basé sur la mesure des coefficients de réflexion et de transmission à l'aide d'un analyseur de réseaux vectoriel. La mesure consiste à placer l'échantillon à mesurer entre deux antennes, l'une pour la transmission et l'autre pour la réception. La Figure I.13 présente le schéma de la technique de mesure en espace libre.

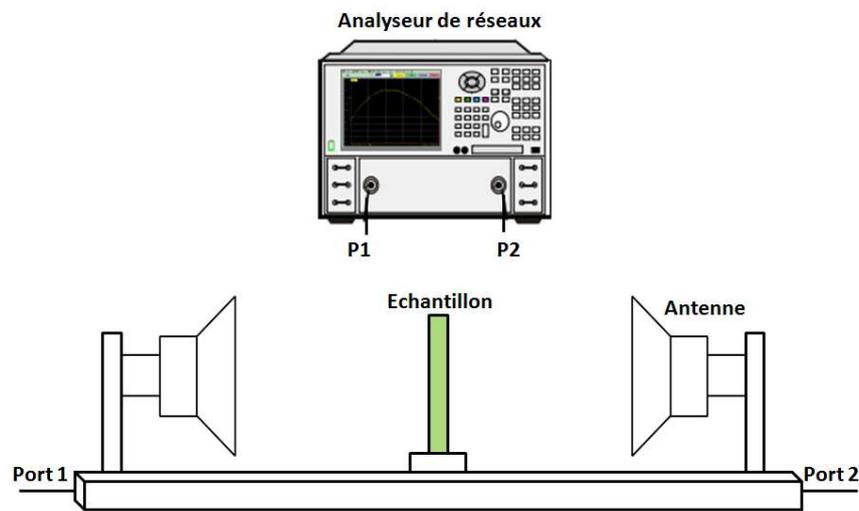


Figure I. 13: Schéma de mesure en espace libre.

La détermination de la permittivité et de la perméabilité complexes se fait par calcul direct et non itératif sur une large bande de fréquence à partir des paramètres S qui s'expriment en fonction des coefficients de réflexion et de transmission Γ et T (Annexe A).

Les limites de la méthode de mesures sont liées à l'approche quasi-TEM. D'une part, l'hypothèse d'ondes planes nécessite des échantillons de grande taille. Par exemple, au-dessous de 20 GHz, les dimensions nécessaires sont de l'ordre du mètre, ceci implique des problèmes de fabrication et de manutention des échantillons à mesurer. D'autre part, les hétérogénéités génèrent de la diffusion, et des modes de propagation d'ordres supérieurs, qui peuvent se propager le long de l'échantillon. Ces modes perturbent la mesure de la permittivité du matériau. En plus, l'épaisseur du matériau à caractériser par la méthode en espace libre ne doit pas être très grande pour éviter les problèmes de résonance de dimension [50- 52].

1.3.3. Dispositifs résonants

Les structures hyperfréquences résonantes sont connues comme étant plus sensibles et donc plus précises que les dispositifs large bande pour la caractérisation diélectrique de matériaux en général, et pour la caractérisation de liquides en particulier.

La contrepartie à la sensibilité tient au fait que les dispositifs résonants ne peuvent déterminer la permittivité complexe du matériau sous test qu'à la fréquence de résonance de la structure (ainsi qu'aux éventuelles fréquences harmoniques), contrairement aux guides d'onde qui permettent de caractériser les matériaux dans une bande de fréquence complète.

a) Cavités résonantes

Les cavités résonantes sont constituées de cylindres (ou parallélépipèdes) aux parois métalliques permettant d'installer un mode de résonance à l'intérieur de la cavité. Deux ports placés sur le flanc du cylindre permettent d'exciter le champ électromagnétique dans la structure [53].

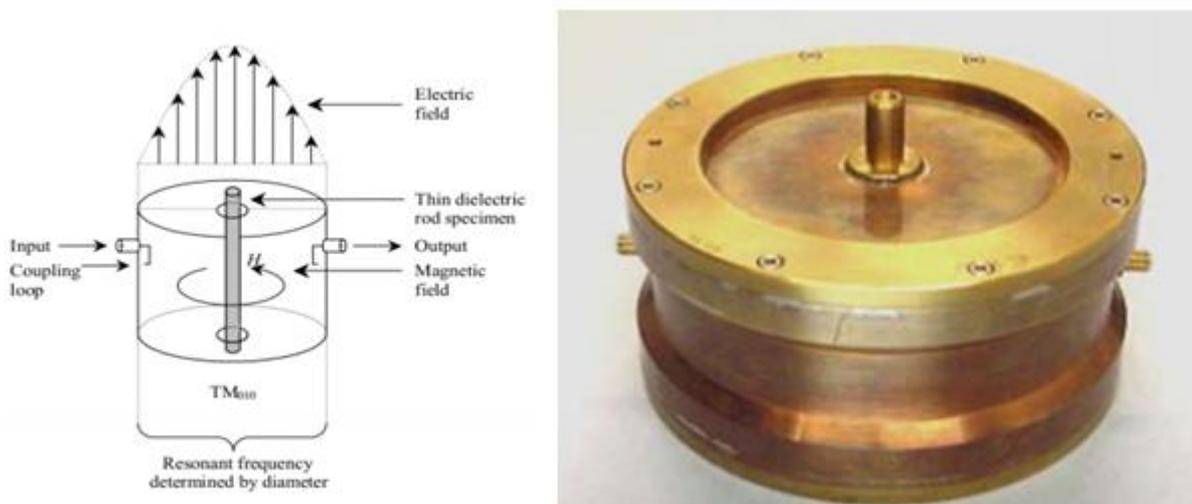


Figure I. 14: Schéma de mesure en cavité [54].

La Figure I.14 représente un exemple de cavité résonante. Les liquides sous test sont placés dans un tube au centre de la cavité cylindrique résonante [54]. La permittivité effective du matériau à caractériser modifie la fréquence de résonance. Par lecture directe de celle-ci, il est ensuite possible d'obtenir la valeur de la permittivité du matériau testé. Une des

applications de cette technique consiste à déterminer la concentration du glucose dans des solutions aqueuses [55-58].

b) Résonateurs diélectriques

Les résonateurs diélectriques sont aussi utilisés pour la caractérisation diélectrique de liquides. Ils sont caractérisés par des valeurs de facteur de qualité très élevées, rendant la détermination de la fréquence de résonance bien plus précise que dans le cas de résonateurs implantés dans des guides miniatures.

Il existe principalement deux façons d'exciter les champs électromagnétiques dans un résonateur diélectrique:

- La première méthode consiste à exciter les modes $TE_{01\delta}$ qui se propagent dans le diélectrique. Dans ce cas, le résonateur diélectrique doit être placé dans une cellule aux parois métalliques de façon à ce que le facteur de qualité du résonateur ne soit pas dégradé par les pertes radiatives. Il existe deux types de cellules pour renfermer un résonateur diélectrique : La cellule à plans parallèles (Figure I.15.a et I.15.c) et la cavité métallique (Figure I.15.b).

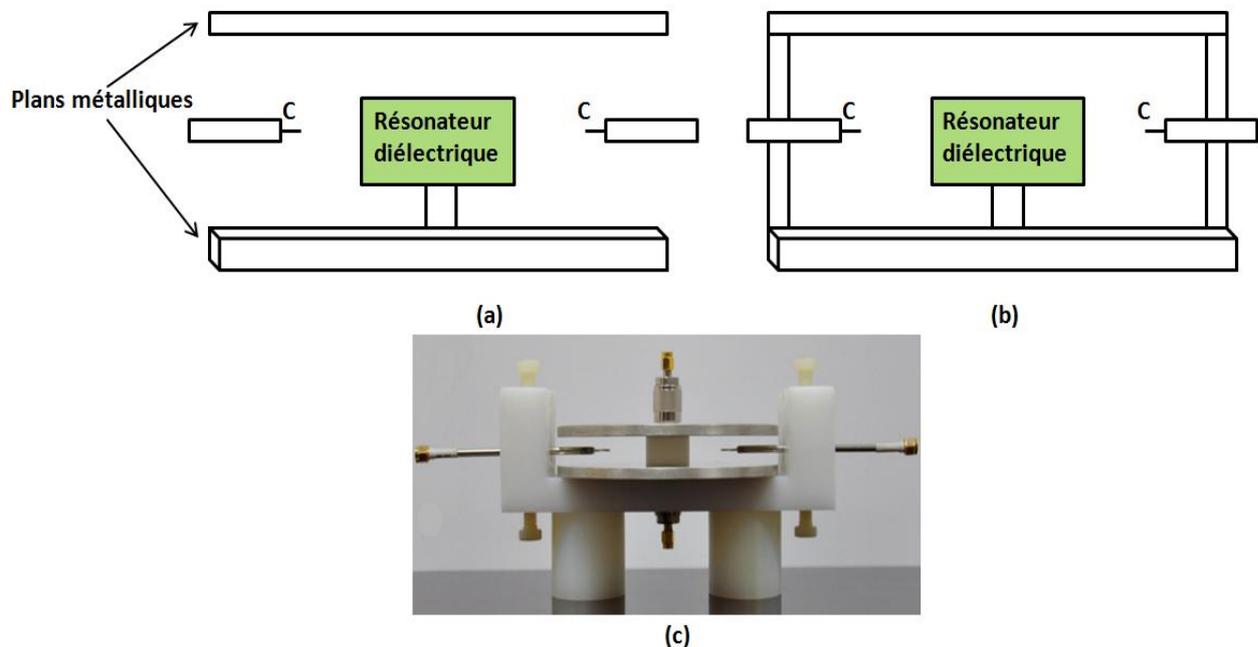


Figure I. 15: Schéma de mesure en résonateur diélectrique [59].

- La deuxième consiste à exciter les modes de galeries (whispering-gallery modes). Les modes de galeries sont des modes de résonance d'ordres supérieurs qui se propagent autour de l'axe de rotation principal du résonateur diélectrique. Le champ

électromagnétique est confiné à l'intérieur du disque diélectrique et l'énergie électromagnétique est concentrée principalement dans une couronne dont le grand diamètre est égal au diamètre du résonateur diélectrique. La résonance intervient lorsque l'onde est en phase sur son « point de départ ».

D'autres travaux de recherches se sont intéressés aux résonateurs diélectriques visant des applications biomédicales afin de détecter la concentration du glucose dans des solutions aqueuses [60-65]. D'autres technologies de résonateur peuvent être envisagées, comme par exemple les résonateurs miniatures implémentés en technologie coplanaire ou microruban (patch,...) [66, 67].

Dans le cas d'un capteur hyperfréquence, la permittivité relative complexe (ϵ) est une caractéristique physique des matériaux qui nous intéresse particulièrement. Ce paramètre affecte directement le comportement d'une structure fonctionnant à des fréquences où interviennent les phénomènes de propagation (la propagation des ondes, décrite par les équations de Maxwell, dépend des propriétés physiques par l'intermédiaire de ϵ et μ). Le principe de détection repose donc sur la perturbation de la propagation, par la modification des propriétés physiques du milieu dans lequel s'effectue cette propagation. Le changement de permittivité entraîne une variation de fréquence ou de phase du résonateur, corrélée à la concentration des espèces à détecter.

La valeur de la permittivité des liquides, en particulier des solutions aqueuses de glucose dépend de sa nature, de ses structures moléculaires, de sa polarisation et de sa fluidité qui est fortement dépendante de la température. Dans ce contexte, nous abordons dans la partie suivante la permittivité des diélectriques liquides et ses mécanismes de polarisation. Dans un second paragraphe, nous présentons les modèles empiriques qui permettent de définir la permittivité complexe en fonction de la fréquence et de la température utilisées.

1.4. Généralités sur les matériaux diélectriques

Les matériaux diélectriques sont capables de stocker de l'énergie électromagnétique lorsqu'ils sont exposés à un champ électrique externe. Ils existent sous forme solide, liquide et gazeux. Les matériaux diélectriques idéaux ne sont pas conducteurs du courant électrique puisqu'ils ne contiennent pas de charges libres dans leurs structures. Par contre, Les matériaux diélectriques réels contiennent un certain volume de charges libres provenant des impuretés. Toutes les charges positives se déplacent vers la direction du champ tandis que les

charges négatives se déplacent dans la direction opposée ce qui crée une polarisation du diélectrique.

La polarisation et la conductivité induisent des pertes diélectriques. Tous les phénomènes dans les diélectriques soumis à un champ électrique dépendent de la fréquence du champ, de la température et de la structure moléculaire du diélectrique.

1.4.1. Phénomène de polarisation

En l'absence d'un champ électrique extérieur, le moment électrique est nul car les centres de gravité des charges positives et négatives coïncident. Sous l'action d'un champ électrique extérieur, les centres de gravité ne coïncident plus et les particules (atomes et molécules) sont alignées suivant la direction du champ E et acquièrent un moment dipolaire P_0 . Les différents types de polarisation peuvent être classés en deux groupes selon leurs caractères : la polarisation de résonance et la polarisation de relaxation (Voir Figure I.16).

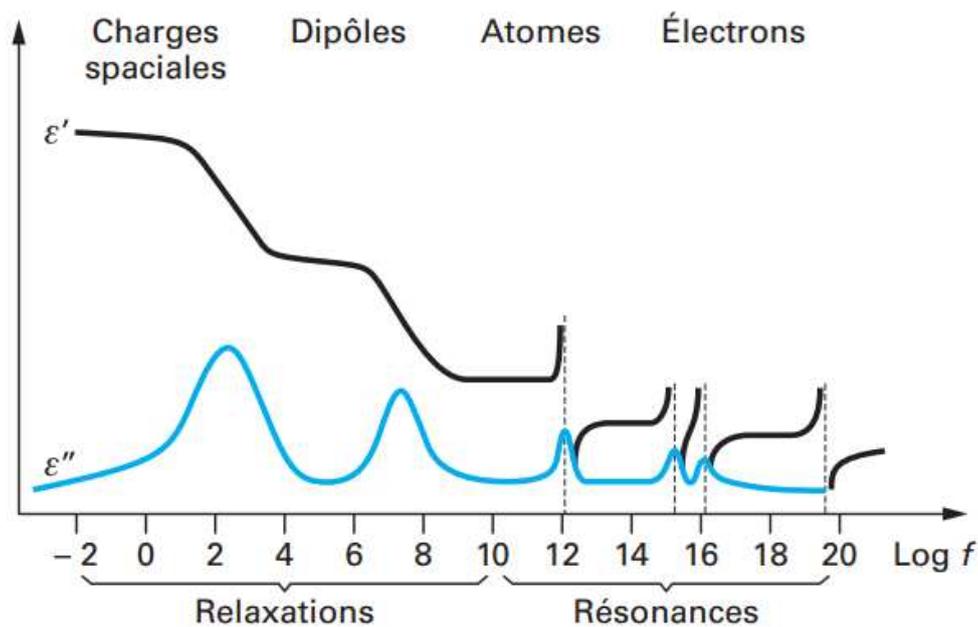


Figure I. 16: Les mécanismes de la polarisation en fonction de la fréquence [68, 69].

Ces deux groupes peuvent être séparés en quatre types de polarisation: électronique, atomique, dipolaire et polarisation interfaciale (Maxwell - Wagner) [69, 70].

La polarisation électronique est due à la déformation du nuage électronique entourant chaque atome. Le centre de gravité des électrons des atomes dans le matériau se déplacent et ne coïncident plus avec celui des protons (Figure I.17). Elle a un temps d'établissement très court (10^{-15} s). Elle se produit dans la gamme de fréquences des UV (entre 10^{14} et 10^{16} Hz).

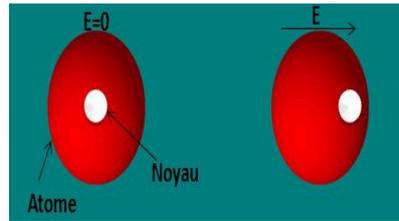


Figure I. 17: Polarisation électronique.

La polarisation atomique est due au déplacement relatif des atomes liés au sein de molécules. Ce processus est identique au précédent (concernant électrons et protons), mais il se produit avec les anions et les cations (Figure I.18). Il se produit dans la gamme de fréquences de l'infrarouge (entre 10^{12} et 10^{14} Hz).

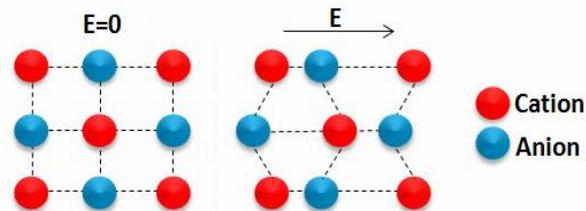


Figure I. 18: Polarisation atomique.

La polarisation interfaciale prend part dans les matériaux hétérogènes et résulte de l'accumulation de charges à l'interface de deux matériaux présentant une conductivité et/ou une permittivité diélectrique différentes (Figure I.19). Elle est observée au dessous de 10^8 Hz.

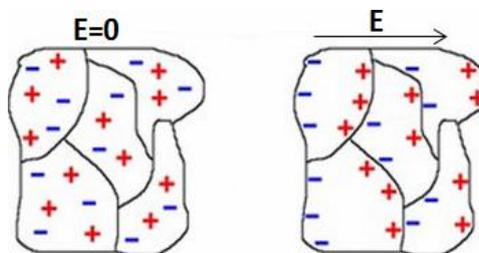


Figure I. 19: Polarisation interfaciale.

La polarisation dipolaire (ou d'orientation) consiste en l'orientation des molécules dipolaires sous l'action du champ électrique (Figure I.20). La polarisation dipolaire dépend de la température et apparaît dans les gaz, liquides et corps amorphes très visqueux. Elle se produit dans la gamme des hautes fréquences, entre 10^8 et 10^{11} Hz.

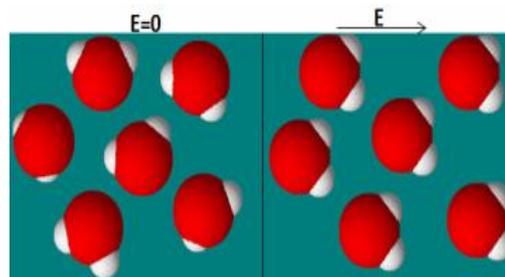


Figure I. 20: Polarisation par orientation (dipolaire).

La température joue un rôle fondamental dans le mécanisme dipolaire mais ne joue apparemment aucun rôle dans les mécanismes ionique et électronique [69, 70].

Pour résumer, nous présentons dans le Tableau I.5, les différents types de polarisation et les caractéristiques qui leur sont associées.

Tableau I. 5: Les mécanismes de polarisation.

	Polarisation	Sans champ extérieur	Avec champ extérieur	Fréquence [Hz]	Temps [s]	Température [°C]
Résonance	Electronique	Ne possèdent pas de moment dipolaire	Déplacement des électrons (nuage électronique)	$10^{14} - 10^{16}$	10^{-15}	Non
	Atomique		Déplacement des ions	$10^{12} - 10^{14}$	$10^{-12} - 10^{-13}$	Non
Relaxation	Interfaciale		Déplacement des charges	$< 10^8$	-	Oui
	Dipolaire	Moment dipolaire permanent	Orientation de molécules polaire	$10^8 - 10^{11}$	$10^{-11} - 10^{-2}$	Oui

1.4.2. Permittivité diélectrique

La permittivité est la somme de ces différentes polarisations. Il est possible de calculer la permittivité relative à partir de l'équation suivante:

$$\epsilon_r^*(\omega) = \frac{\epsilon^*(\omega)}{\epsilon_0} = 1 + \sum_n \chi_n'(\omega) - i \sum_n \chi_n''(\omega) \tag{E I.2}$$

Les propriétés diélectriques d'un matériau sont caractérisées par la mesure de la valeur de la permittivité relative complexe, définie par l'équation :

$$\epsilon_r^*(\omega) = \epsilon' - j\epsilon'' \tag{E I.3}$$

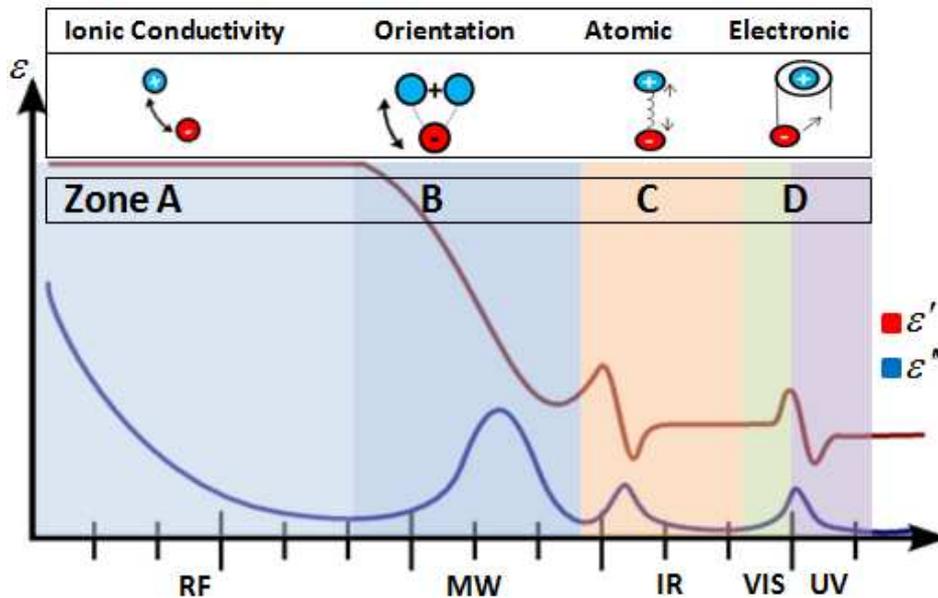
Où, ϵ' est la partie réelle de la permittivité. Elle est liée à la capacité à stocker de l'énergie dans le milieu sous l'effet d'un champ électrique. ϵ'' est la partie imaginaire de la permittivité. Elle est liée à la dissipation de l'énergie (pertes) et peut s'écrire en fonction de la conductivité σ du milieu et de la fréquence ϑ suivant l'équation (E I.3) [71, 72]:

$$\epsilon_r^*(\omega) = \epsilon_r' + \frac{\sigma}{2\pi\vartheta\epsilon_0} \quad (\text{E I.3})$$

L'effet de ces pertes peut être également représenté par la tangente de pertes du matériau qui est définie comme le rapport de la partie imaginaire par la partie réelle de la permittivité complexe:

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (\text{E I.4})$$

De plus, La permittivité est une propriété électrique caractéristique d'un milieu constitué d'atomes et de molécules. Elle traduit, en effet, l'état de polarisation d'un diélectrique. La Figure I.21 présente la variation de la permittivité en fonction de la fréquence pour les différents mécanismes de polarisation.



Lors de l'application d'un champ électrique, les différents types de polarisation apparaissent en fonction de leurs temps de relaxation. Aux fréquences très basses, les dipôles des molécules s'orientent suivant la direction du champ appliqué. Avec l'augmentation de la fréquence, la contribution des différents types de polarisation disparaît progressivement, puisque à ces fréquences l'entité polarisable n'a plus le temps de répondre au champ appliqué. Aux fréquences élevées, dans le domaine infrarouge et au-delà, la contribution des

phénomènes de relaxation d'orientation à la polarisation est négligeable, seules les polarisations atomique et électronique subsistent [73].

Assurément, en termes de Bio-détection, il est particulièrement intéressant de travailler dans des zones de dispersion, là où il existe une forte variation de la permittivité diélectrique en fonction de la fréquence (Zone B). Dans notre étude, nous travaillons dans le domaine des micro-ondes, lequel correspond à la polarisation dipolaire (Zone B).

1.4.3. Etude théorique sur les modèles diélectriques du liquide

a) Relaxations du type Debye

Comme nous l'avons déjà évoqué dans la partie précédente, la permittivité est due à des dipôles présents dans le diélectrique, qui sous l'action d'un champ électrique vont s'orienter. Au début du XXème siècle, en s'inspirant des diélectriques liquides, Debye a constaté que si tous les dipôles ont le même temps d'orientation τ et n'interagissent pas entre eux, la permittivité complexe ε^* en fonction de la fréquence suit la loi suivante [74-78] (cf. équation E I.5).

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{1+i\omega\tau} \quad (\text{E I.5})$$

avec $\Delta\varepsilon = \varepsilon_s - \varepsilon_\infty$,

En séparant les parties réelles et imaginaires, on obtient l'équation (E I.6) ;

$$\varepsilon' = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{1+\omega^2\tau^2}; \varepsilon'' = \omega\tau \frac{\Delta\varepsilon}{1+\omega^2\tau^2} \quad (\text{E I.6})$$

Où,

- ε_∞ est la permittivité à l'infini (aux très hautes fréquences),
- ε_s est la permittivité statique (aux très basses fréquences),
- τ est le temps de relaxation du liquide,
- ω est la pulsation en rad/s ($\omega = 2\pi f$).

Cette réponse est dite idéale, car tous les dipôles participant au phénomène de relaxation ont le même temps de relaxation τ [79]. Ce comportement a été principalement observé dans des diélectriques liquides tels que l'eau. Par contre, les interactions entre les dipôles dans des solutions aqueuses ne peuvent pas être négligées ce qui induit une dispersion du temps de relaxation.

b) Distribution des temps de relaxation

Dans le cas où tous les dipôles n'ont pas le même temps de relaxation mais qu'un pic de relaxation est visible, on parle de distribution des temps de relaxation. Il existe plusieurs modèles empiriques permettant de décrire ces types de relaxation. Ces modèles sont tous dérivés de l'équation de Debye (E I.5).

Relation de Cole-Cole

Une certaine corrélation entre les mouvements des dipôles peut exister, ces interactions (dipôle-dipôle) ne sont dès lors plus négligeables. Cole et Cole [80] ont alors proposé de modifier la théorie de Debye, en introduisant une distribution des temps de relaxation par symétrie. La permittivité diélectrique est donnée par l'équation (E I.7) :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{1 + (i\omega\tau)^\alpha} \quad (\text{E I.7})$$

Où α est une constante liée à la largeur de la distribution des temps de relaxation ($0 < \alpha \leq 1$). Plus α est proche de 0, plus la distribution des temps de relaxation est large. L'expression du Cole-Cole se réduit à l'équation de Debye pour la valeur de $\alpha = 1$. Cette relation empirique permet d'obtenir une réponse fréquentielle symétrique (Figure I.22)

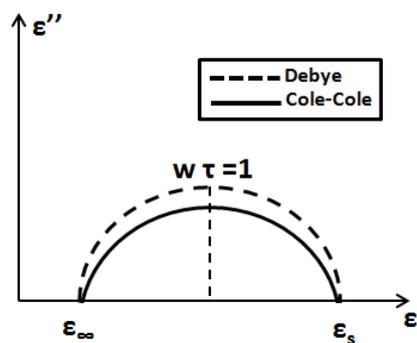


Figure I. 22: Le diagramme d'Argand pour le modèle de Debye.

Relation de Davidson-Cole

Ce modèle est très proche du modèle de Cole-Cole. Il inclut un nouveau coefficient β qui permet d'introduire un comportement dissymétrique, observé lors de mesures en basses températures. Davidson et Cole [81] ont attribué ce comportement à un processus de réorientation des groupes hydroxyles, accompagné de cassures de liaisons, qui provoqueraient un élargissement de la distribution du temps de relaxation vers les hautes fréquences. Le modèle de Davidson-Cole est représenté par l'équation (E I.8) :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{[1+i\omega\tau]^\beta} \quad (\text{E I.8})$$

avec $0 < \beta \leq 1$

Cette relation empirique permet d'avoir une réponse fréquentielle asymétrique, qui suit la courbe de Debye aux basses fréquences et qui a une pente plus faible pour les hautes fréquences. Il est souvent utilisé dans le cas de diélectriques liquides [81].

Le diagramme d'Argand correspondant est alors un arc de cercle biaisé vers les hautes fréquences (Figure I.23).

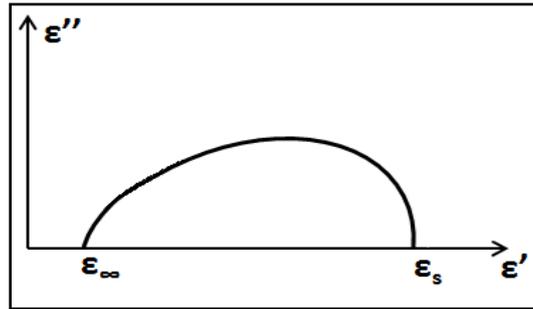


Figure I. 23: Le diagramme d'Argand pour le modèle de Davidson-Cole

Relation de Havriliak-Negami

La fonction généralisée proposée par Havriliak et Nagami [82] est obtenue en combinant les deux fonctions précédentes (Cole-Cole et Davidson-Cole)

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\Delta\varepsilon}{[1+(i\omega\tau)^\alpha]^\beta} \quad (\text{E I.9})$$

Cette relation empirique permet d'avoir une réponse fréquentielle asymétrique, α et β permettant de régler les pentes respectivement en hautes et en basses fréquences. On peut remarquer que pour le cas $\alpha = \beta = 1$, on obtient la relation classique de Debye. Le diagramme d'Argand correspondant est alors un arc de cercle biaisé vers les hautes et les basses fréquences (Figure I.24).

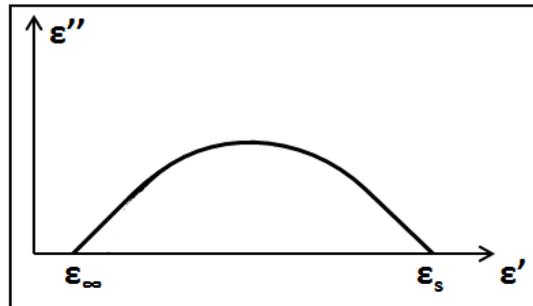


Figure I. 24: Le diagramme d'Argand pour le modèle de Havriliak-Negami.

Comparaison des trois modèles présentés avec le modèle de Debye

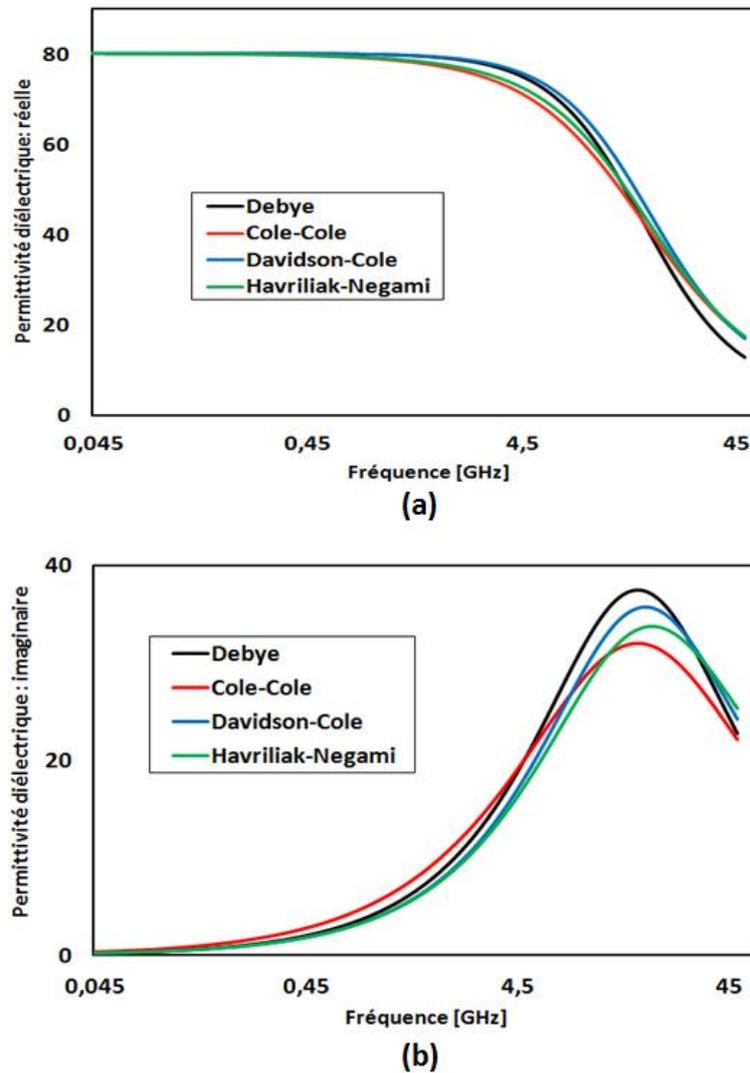


Figure I. 25: Les permittivités diélectriques pour les quatre modèles : (a) Partie réelle, (b) partie imaginaire.

D'après la Figure I.25, nous remarquons que les modèles empiriques permettant d'avoir des variations de permittivités réelles sur une large gamme de fréquence, plus large que celle d'une réponse de type Debye.

Nous pouvons aussi constater, d'après la Figure I.25, l'effet des paramètres α et β . Les modèles Cole-Cole et Davidson-Cole, par exemple, permettent d'ajuster la pente aux basses et aux hautes fréquences successivement. En contrepartie, le modèle Havriliak-Negami permet d'ajuster chaque pente à la fois aux basses et aux hautes fréquences.

Nous présentons également sur la Figure I.26 la variation des pertes diélectriques ($\tan \Delta$) du matériau en fonction de la fréquence suivant le type de modèle de relaxation considéré.

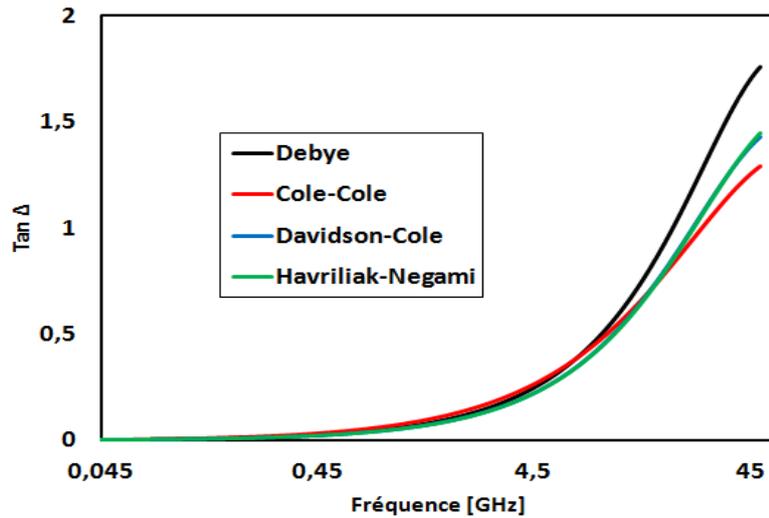


Figure I. 26: La variation des pertes diélectriques ($\tan \Delta$) du matériau en fonction de la fréquence suivant le type de modèle de relaxation considéré.

La Figure I.27 présente le graphe d'Argand qui donne la partie imaginaire en fonction de la permittivité réelle pour les différents modèles présentés précédemment.

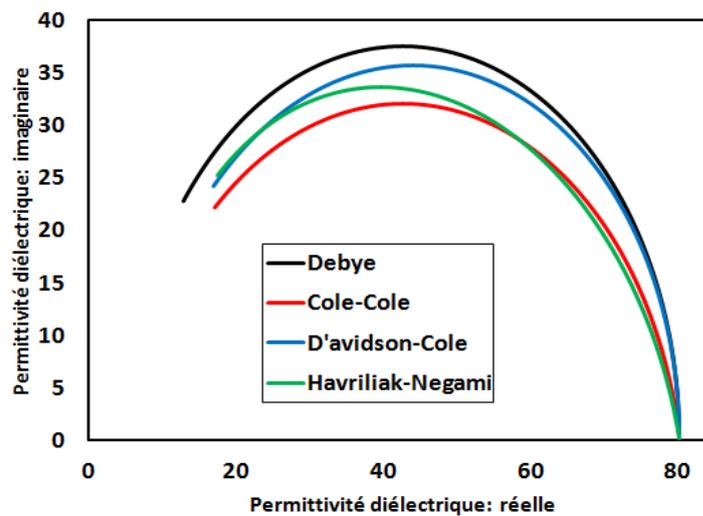


Figure I. 27: Le diagramme d'Argand pour les différents modèles : Debye, Cole-Cole, Davidson-Cole et Havriliak-Negami.

Ce type de représentation (diagramme d'Argand) permet de mettre clairement en évidence le fait que le pic des pertes diélectriques est toujours corrélé aux variations maximales de la permittivité

c) Effet de la température sur le temps de relaxation

L'orientation de molécules polaires sous l'action du champ électrique dépend de la température et apparaît dans les gaz, les liquides et les corps amorphes très visqueux. Dans

certaines corps (par exemple la cellulose), certains groupements moléculaires peuvent s'orienter, sans affecter le corps de la molécule.

Le temps de relaxation τ d'un dipôle tournant dans un liquide de viscosité dynamique η a été calculé par Debye (cf. équation (E I.10)) [73].

$$\tau = \frac{4\pi R^3 \eta}{KT} \quad (\text{E I.10})$$

avec r: Rayon de la molécule,

k : constante de Boltzmann,

T: Température (en K).

La présence de solutés peut également augmenter la viscosité de la solution finale. La viscosité est également affectée par la température selon l'expression d'Arrhenius (cf. équation (E I.11)) [83].

$$\eta = A \exp\left(\frac{E_a}{kT}\right) \quad (\text{E I.11})$$

avec A : facteur de fréquence,

E_a : Energie d'activation (en $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$),

Comme mentionné dans les parties précédentes, la température est un facteur important influant sur la permittivité diélectrique du milieu. Dans ce contexte, nous allons présenter dans la partie suivante un bref état de l'art portant sur les modèles et les fonctions d'interpolation de la permittivité diélectrique relative du liquide étudié en fonction de la température.

d) Les modèles précédents de la permittivité complexe

Le modèle de relaxation de Debye offre un ajustement précis pour la permittivité sur une plus large bande de fréquences. Ce modèle repose sur l'équation (E I.12) [84-87].

$$\varepsilon(\omega, T) = \varepsilon_\infty + \sum_{j=1}^3 \left(\frac{\Delta_j}{1 + i\omega\tau_j} \right) + \varepsilon_R \quad (\text{E I.12})$$

Où :

Δ_j : Amplitude de chaque terme de temps de relaxation τ_j .

ε_R : Définit le terme de résonance.

Dans nos travaux, nous nous sommes intéressés dans un premier temps à l'analyse et l'interprétation de l'interaction entre le champ électromagnétique et l'eau pure. Dans cet

objectif, il est nécessaire de développer un modèle capable de décrire les caractéristiques du liquide en fonction de la fréquence et de la température. Nous présentons tout d'abord dans cette partie, les modèles de la permittivité diélectrique relative de l'eau trouvés dans la littérature.

Kaatze [84]: introduit en 1989 un nouvel ensemble de données de permittivité diélectrique relative complexe de l'eau pure sur la gamme de fréquences allant de 1.1 à 57 GHz à neuf températures comprises entre 0 ° et 50 ° C. Il a utilisé le terme de relaxation pour s'adapter à sa fonction d'interpolation de la permittivité diélectrique complexe de l'eau. Il énonce que les erreurs expérimentales possibles peuvent être comprises entre 1 et 10%. Son modèle est donné par l'équation (E I.13).

$$\varepsilon(\omega, T) = \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + i\omega\tau} + \varepsilon_\infty \quad (\text{E I.13})$$

Où :

$$\begin{cases} \tau(T) = 3.745 \times 10^{-15} \left[1 + 7 \times 10^{-5} (T - 27.5)^2 \right] \exp\left(\frac{2295.7}{273.15 + T}\right) \\ \varepsilon_s(T) = 10^{(1.94404 - 0.00199T)} \\ \varepsilon_\infty(T) = 5.77 - 2.71 \times 10^{-2} T \end{cases}$$

Ellison [85] a cherché par la suite à construire une fonction d'interpolation précise sur la plage de température de 0 à 100 ° C et dans l'intervalle de fréquence de 0 à 25 THz, à partir des données expérimentales disponibles dans la littérature. Par rapport aux études antérieures qui ne donnent de justification sur l'erreur explicite estimée des données. Ellison attribue une estimation de 5% pour l'erreur sur la permittivité diélectrique de toutes les données.

La méthodologie utilisée dans cet article consiste à construire une fonction d'interpolation pour s'adapter à toutes les données expérimentales sur la plage de température de 0° à 100° C et sur la gamme de fréquences de 0 à 25 THz. Pour effectuer cette étude, l'auteur indique l'existence de trois processus de relaxation dans la région des micro-ondes et de deux résonances moléculaires dans la région des infrarouges. L'auteur explique qu'il existe des données qui ne correspondent pas à son modèle d'interpolation. Son modèle est donné par l'équation (E I.14) :

$$\varepsilon(\omega, T) = \varepsilon_s + i\omega \frac{\Delta\tau}{1+i\omega\tau} \quad (\text{E I.14})$$

Où :

$$\begin{cases} \tau(T) = 1.382264 \times 10^{-13} \exp\left(\frac{652.7648}{133.1383 + T}\right) \\ \varepsilon_s(T) = 87.9144 - 0.404399T + 9.58726 \times 10^{-4}T^2 \\ \quad + 1.32802 \times 10^{-6}T^{-3} \\ \Delta(T) = 79.23882 \exp(-4.300598 \times 10^{-3}T) \end{cases}$$

Liebe [86] fournit en 1991 une fonction d'interpolation de la permittivité diélectrique de l'eau à des fréquences allant jusqu'à 30 THz et sur la plage de température de 4 ° à 30 ° C. Il a utilisé deux processus de relaxation et deux termes de résonance (Lorentzien). Il mentionne qu'il existe des erreurs systématiques sur les données de permittivité diélectrique dans certaines bandes de fréquences. Son modèle final pour la permittivité de l'eau avec un seul terme de relaxation de Debye est donné par l'équation (E I.15) :

$$\varepsilon(\omega, T) = \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1+i\omega\tau} + \varepsilon_\infty \quad (\text{E I.15})$$

Où:

$$\begin{cases} \tau(T) = \frac{1}{2\pi \left[20.2 + 146.4\alpha(T) + 316\alpha(T)^2 \right]} \\ \varepsilon_s(T) = 77.66 - 103.3\alpha(T) \\ \varepsilon_\infty(T) = 3.52 + 7.52\alpha(T) \\ \alpha(T) = 1 - \frac{300}{[273.15 + T]} \end{cases}$$

Meissner [87] introduit en 2004 une nouvelle équation de la permittivité diélectrique complexe de l'eau pure en fonction de ses mesures sur la plage de température comprises entre 20 ° et 40 ° C et pour des fréquences allant jusqu'à 500 GHz. Il utilise la version modifiée du modèle Klein-Swift [88] et le compare à d'autres modèles à plusieurs fréquences et à plusieurs températures.

$$\varepsilon(\omega, T) = \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1+i\omega\tau} + \varepsilon_\infty \quad (\text{E I.16})$$

Où:

$$\left\{ \begin{array}{l} \tau(T) = \frac{5.0478 - 7.0314 \times 10^{-2} T + 6.0059 \times 10^{-4} T^2}{2\pi [45 + T]} \\ \varepsilon_s(T) = \frac{3.70886 \times 10^4 - 8.2168 \times 10^1 T}{T + 4.21854 \times 10^2} \\ \varepsilon_\infty(T) = 3.6143 + 2.8841 \times 10^{-2} T \end{array} \right.$$

Néanmoins, son modèle reste peu précis pour certaines fréquences et températures, en particulier en dehors de la plage de température entre -2° et $+29^\circ$ C.

L'étude des différents modèles présentés précédemment, nous amène à constater qu'il n'existe pas de modèle précis qui couvre une large bande de fréquences et une large gamme de températures. Il est par conséquent nécessaire de développer des modèles précis pour la permittivité diélectrique qui correspondraient aux mesures déduites à partir de la littérature et à de nouvelles données expérimentales. Ces modèles sont étudiés dans le chapitre II. Ils nous ont aidés dans la conception et dans la modélisation des capteurs hyperfréquences. Pour compléter cette étude, nous résumons dans la partie suivante, les différentes techniques et topologies présentées dans les parties précédentes, afin de choisir celles qui répondant le mieux à notre problématique.

1.5. Synthèse

Les caractéristiques des différents capteurs hyperfréquences utilisés pour déterminer les propriétés diélectriques des matériaux et des liquides diélectriques en particulier des solutions aqueuses de glucose sont présentées dans le tableau suivant (Tableau I.6):

Tableau I. 6: Résumé sur les méthodes de mesures.

Mode	Techniques	Précision	Encombrement	Placement de liquide	Bande de fréquence
Réflexion	Sonde coaxiale	Moyenne (Gap entre câble et échantillon)	Modéré (non intégrable)	A l'extrémité de la sonde	Large
	Guide d'onde	Moyenne (Gap entre guide et échantillon)	Volumineux	A l'extrémité du guide	Etroite
Transmission	Cellule en câble coaxiale	Bonne	Modéré (non intégrable)	A la place du diélectrique du câble	Large
	Guide d'onde	Bonne	Volumineux	A l'intérieur du guide	Etroite
	Ligne de transmission chargée	Moyenne	Modéré (non intégrable)	Déposé au-dessus ou au-dessous de la ligne	Large
	Espace Libre	Bonne	Volumineux (surtout en basses fréquences)	Seul	Large
Dispositif résonants	Cavité	Très bonne	Volumineux	Au centre de la cavité	Monofréquence
	Résonateurs diélectriques	Excellente	Volumineux	Nombreuses technique	Etroite

Dans la conception de tels biocapteurs, il est nécessaire tout d'abord de bien comprendre les phénomènes d'interactions onde/liquide qui déterminent la sensibilité de ces capteurs. Comme nous l'avons déjà dit dans les parties précédentes, que la permittivité est un facteur important dépend fortement de la nature de la solution étudiée. Pour cela, il est nécessaire de modéliser les permittivités diélectriques complexes en fonction de la fréquence et de la température, afin d'utiliser ces valeurs dans le développement de circuits hyperfréquences.

Pour effectuer ces études, nous nous sommes intéressés au choix d'une technologie convenable pour mesurer les variations des permittivités des solutions étudiées d'une part, afin de modéliser et d'étudier ses variations sur une large bande de fréquence, et d'autres technologies permettent de réaliser les circuits hyperfréquences d'autre part.

Selon les critères évoqués dans le tableau précédent, le choix des techniques de mesures hyperfréquences des matériaux diélectriques résulte d'un compromis entre la précision, la facilité de mise en place, le coût de préparation des échantillons, le volume d'échantillon et la

largeur de la bande de fréquences d'utilisation de la méthode de mesure. De plus, une autre propriété importante des technologies proposées dans ce projet est la non-invasivité de l'échantillon à mesurer (sans-contact) ce qui permet d'envisager plusieurs analyses sur un même échantillon afin d'améliorer la fiabilité de mesure.

La technique en sonde répond à notre besoin en termes de largeur de bande de fréquences d'une part, et simplifie les problèmes d'utilisation des échantillons d'autre part. Nous trouvons par conséquent judicieux d'utiliser cette méthode pour mesurer la permittivité relative complexe de la solution à étudier.

Parmi les autres méthodes que nous avons présentées dans le tableau précédent, nous remarquons que les technologies planaires et volumiques sont assez complémentaires et répondent à nos besoins dans la conception des circuits hyperfréquences. Nous abordons dans le tableau suivant les avantages et les limitations de ces trois technologies en transmission (guide d'onde et planaire) et en réflexion (sonde coaxiale).

Tableau I. 7: Les avantages et les inconvénients de quelques technologies en transmission et en réflexion.

Mode	Techniques	Avantages	Limitations
Réflexion	Sonde coaxiale	Non-destructive	Nécessite une épaisseur d'échantillon >1 (typique)
		Large bande de fréquence	L'échantillon doit être homogène et isotrope
		Idéal pour liquides ou semi-solides	Les solides doivent avoir une surface plane
		Pratique, facile à utiliser	La technique de la cavité résonante est meilleure pour les mesures de perte extrêmement faibles
Transmission	Guide d'onde	Dispositifs coaxiaux ou guides d'ondes largement disponibles	Forme précise de l'échantillon à mesurer
		Large bande de fréquence	Besoin de gros échantillons pour les basses fréquences
	Planaire (Microruban)	Bonne solution pour les matériaux solides durs	Liquides, poudres et gaz doivent être contenus (must be contained)
		Sans contact et non destructive	La réponse très sensible à la position de l'échantillon
		Large bande de fréquence	Faible facteur de qualité
		Faible cout de fabrication	

1.6. Conclusion

Ce chapitre a été consacré à l'état de l'art des techniques de mesure de la permittivité diélectrique complexe des matériaux et de la concentration du glucose en solution aqueuse. Ces méthodes de mesure sont séparées en trois groupes dont les caractéristiques, géométrie, fréquences de mesure, paramètres mesurés, types d'échantillons, etc..

L'étude bibliographique introduite dans ce chapitre nous a aidé à orienter notre choix de structure vers un biocapteur résonant en transmission avec lequel les niveaux de résolution et de précision de mesure peuvent potentiellement être en cohérence avec l'application envisagée. Ce capteur permet de déterminer les caractéristiques électriques et diélectriques de l'échantillon étudié afin de détecter le taux de glucose (glycémie) dans le sang humain total et dans des solutions aqueuses du glucose.

Le chapitre II de ce manuscrit présente un grand nombre de données expérimentales obtenues à l'aide de mesures effectuées par la sonde coaxiale. Ces mesures nous permettent avec d'autres données expérimentales obtenues de la littérature de modéliser les solutions à étudier. Le chapitre III de ce manuscrit retrace ainsi les étapes de conception et caractérisation de biocapteurs hyperfréquences résonants pour l'analyse de solutions aqueuses de glucose.

Bibliographie du chapitre I

- [1]. K. Saeed, A. C. Guyette, I. C. Hunter, and R. D. Pollard, "Microstrip resonator technique for measuring dielectric permittivity of liquid solvents and for solution sensing," *IEEE/MTT-S International Microwave Symposium*, pp. 1185–1188, 2007.
- [2]. E. Nyfors and P. Vainikainen, "Industrial microwave sensors," Artech House, 1994.
- [3]. E. Benoit, et al., "Applicability of dielectric measurements in the field of pharmaceutical formulation," *Bioelectrochemistry and bioenergetics*, vol. 40, no. 2, pp. 175–179, 1996.
- [4]. S. Seo, et al., "High frequency wideband permittivity measurements of biological substances using coplanar waveguides and application to cell suspensions," in *Microwave Symposium Digest, IEEE MTT-S International*, pp. 915–918, 2008.
- [5]. K. Joshi and R. Pollard, "Microstrip resonator technique for non-destructive moisture/permittivity measurement," in *Microwave Symposium Digest, IEEE MTT-S International*, vol. 4, pp. 1863–1866, IEEE, 1999.
- [6]. D. Piscarreta and K.-W. Tam, "Miniaturized microstrip square loop resonator probe for solution sensing," in *Microwave Conference Proceedings, Asia-Pacific Conference Proceedings*, vol. 1, pp. 3–pp, IEEE, 2005.
- [7]. D. L. Diedhiou, et al., "Etude de filtres millimétriques accordables en technologie microfluidique," in *17èmes Journées Nationales Microondes*, pp. 3D–1, 2011.
- [8]. B. Potelon et al., "Electromagnetic signature of glucose in aqueous solutions and human blood," in *MEMSWAVE Conference, France.*, pp. 7–4, 2014.
- [9]. M. Vincent, Blood glucose: Its measurement and clinical importance. *Clinica Chimica Acta* 251 (1996) 3-17.
- [10]. J.-C. Chien, et al., "A microwave reconfigurable dielectric-based glucose sensor with 20 mg/dl sensitivity at sub-nl sensing volume in cmos," in *IEEE MTT-S Int. Microw. Symp. Dig*, 2015.
- [11]. L. F. Chen, C. K. Ong and C. P. Neo V. V. Varadan and V. K. Varadan "Microwave Electronics Measurement and Materials Characterization", 2004.
- [12]. M. Azzouz, Etude du procédé de fabrication et de fonctionnalisation en vue de la réalisation d'un micro dispositif vibrant pour de la détection spécifique en biologie, Université Paris Sud - Paris XI, 2012.
- [13]. T.Chretiennot, Biocapteurs hyperfréquences résonants pour l'analyse de liquides biologiques, Université Toulouse III, 2013.

- [14]. J. Hones, P. Muller and N. SurrIDGE, the Technology Behind Glucose Meters: Test Strips, DIABETES TECHNOLOGY & THERAPEUTICS Volume 10, Supplement 1, 2008.
- [15]. The online medical device exhibition, http://www.medicalexpo.com/prod/ekfdiagnostics/product-68321-509126.html#product-item_419872.
- [16]. Janet A. Tamada, PhD; Satish Garg, MD; Lois Jovanovic, MD; Kenneth R. Pitzer, DVM, MS; Steve Fermi, MS; Russell O. Potts, PhD; and the Cygnus Research Team. "Noninvasive Glucose Monitoring", 1999.
- [17]. Le système minimed. www.medtronic-diabete.com.
- [18]. Nouveau lecteur de glycémie sans piqûre, www.freestylelibre.fr.
- [19]. T. Chretiennot. Biocapteurs hyperfréquences résonants pour l'analyse non-invasive de liquides biologiques. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Paul Sabatier Toulouse III, 2013.
- [20]. Les composants de sang: www.jpboiseret.eu/biologie/index.php/systeme/systeme-sanguin/68-composition-du-sang.
- [21]. B. Potelon, C. Quendo, J.-L. Carré, A. Chevalier, C. Person, and P. Queffelec, "Electromagnetic signature of Glucose in Aqueous Solutions and Human Blood," in MEMSWAVE Conference, 30 juin – 2 juillet 2014, La Rochelle, France., (La Rochelle, France), pp. 7–4, June 2014.
- [22]. B. Potelon, C. Quendo, J.-L. Carré, A. Chevalier, C. Person, and P. Queffelec, "Signature Electromagnétique du Glucose dans le Sang Humain," in 19èmes Journées Nationales Microondes 2015, (Bordeaux, France), p. 4, June 2015.
- [23]. R. ZAJICEK , L. Oppl et J. Vrba, "Broadband Measurement of Complex Permittivity Using Reflection Method and Coaxial Probes". RADIOENGINEERING, VOL.17, NO. 1, APRIL 2008.
- [24]. M. Hofmann, G. Fischer, R. Weigel, and D. Kissinger, "Microwave-based noninvasive concentration measurements for biomedical applications," IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 61, no. 5, pp. 2195–2204, 2013.
- [25]. R. Zajicek, T. Smejkal, L. Oppl et J. Vrba "Waveguide probes for complex permittivity measurement" 14th Conference on Microwave Techniques, 2008.
- [26]. H. Esteban, J.M. Catal-Civera, S. Cogollos et V.E. Boria "Characterization of complex permittivity properties of materials in rectangular waveguides using a hybrid iterative method" IEEE Microwave and Guided Wave Letters, vol. 10, n°5, pp.186-188, mai 2000.

- [27]. Ramo, S., and Whinnery, J. R., "Fields and waves in modern radio", Jhon Wiley and Sons, Inc, New York, NY 1965.
- [28]. Nicolson, A. M., and Ross, G. F., "Measurement of intrinsic properties of material by time domain techniques", IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. IM-19, no. 4, pp. 377-382, November 1970.
- [29]. Weir, W.B. "Automatic Measurement of Complex Dielectric Constant and Permeability at Microwave Frequencies", Proceedings of the IEEE, vol. 62, no. 1, pp. 33-36, January 1974.
- [30]. O. Ogunlade, R. D. Pollard, and I. C. Hunter, "A new method of obtaining the permittivity of liquids using in-waveguide technique," IEEE microwave and wireless components letters, vol. 16, no. 6, pp. 363–365, 2006.
- [31]. K. Sarabandi, "A technique for dielectric measurement of cylindrical objects in a rectangular waveguide," IEEE transactions on instrumentation and measurement, vol. 43, no. 6, pp. 793– 798, 1994.
- [32]. J. A. Ball and B. Horsfield, "Resolving ambiguity in broadband waveguide permittivity measurements on moist materials," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 47, no. 2, pp. 390–392, 1998.
- [33]. T. Baum, L. Thompson, and K. Ghorbani, "Complex dielectric measurements of forest fire ash at x-band frequencies," IEEE Geoscience and Remote Sensing Letters, vol. 8, no. 5, pp. 859–863, 2011.
- [34]. E. Piuzzi, G. Cannazza, A. Cataldo, S. Chicarella, E. De Benedetto, F. Frezza, S. Pisa, S. Prontera, and F. Timpani, "Measurement system for evaluating dielectric permittivity of granular materials in the 1.7–2.6-ghz band," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 65, no. 5, pp. 1051–1059, 2016
- [35]. A. Nishikata, "Scattering analysis for layered cylindrical object perpendicularly piercing the wider walls of a rectangular waveguide and its application to ϵ_r and μ_r measurement," IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 57, no. 6, pp. 1602–1611, 2009.
- [36]. M. J. Akhtar and M. Thumm, "Measurement of complex permittivity of cylindrical objects in the e-plane of a rectangular waveguide," IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing, vol. 51, no. 1, pp. 122–131, 2013.
- [37]. A. Nishikata, "A swept-frequency measurement of complex permittivity and complex permeability of a columnar specimen inserted in a rectangular waveguide," IEEE transactions on microwave theory and techniques, vol. 55, no. 7, pp. 1554–1567, 2007.

- [38]. F. Costa, A. Monorchio, C. Amabile, and E. Prati, "Dielectric permittivity measurement technique based on waveguide fss filters," in *Microwave Conference (EuMC), 2011 41st European*, pp. 945–948, IEEE, 2011.
- [39]. Baker-Jarvis J., Vanzura, E., and Kissick, W "Improved technique for determining complex permittivity with the transmission/reflection method", *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 38, n. 8, pp. 1096-1103, August 1990.
- [40]. L. Li et D. Uttamchandani "A microwave dielectric biosensor based on suspended distributed MEMS transmission lines" *IEEE Sensors Journal*, vol. 9, n°12, décembre 2009.
- [41]. GIRAULT, Pauline, LORRAIN, Nathalie, POFFO, Luiz, et al. Micro-résonateurs intégrés pour des applications capteurs. In : *Optique Bretagne 2015-35ème Journées Nationales d'Optique Guidée (JNOG'35)*. 2015.
- [42]. T. Chretiennot, D. Dubuc, and K. Grenier, "A microwave and microfluidic planar resonator for efficient and accurate complex permittivity characterization of aqueous solutions," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 61, no. 2, pp. 972–978, 2013
- [43]. K. Saeed, A. C. Guyette, I. C. Hunter, and R. D. Pollard, "Microstrip resonator technique for measuring dielectric permittivity of liquid solvents and for solution sensing," in *Microwave Symposium, 2007. IEEE/MTT-S International*, pp. 1185–1188, IEEE, 2007.
- [44]. J.-C. Chien, E.-C. Yeh, L. P. Lee, M. Anwar, and A. M. Niknejad, "A microwave reconfigurable dielectric-based glucose sensor with 20 mg/dl sensitivity at sub-nl sensing volume in cmos," in *Microwave Symposium (IMS), 2015 IEEE MTT-S International*, pp. 1–4, IEEE, 2015.
- [45]. T. Chretiennot, D. Dubuc, and K. Grenier, "Double stub resonant biosensor for glucose concentrations quantification of multiple aqueous solutions," in *Microwave Symposium (IMS), 2014 IEEE MTT-S International*, pp. 1–4, IEEE, 2014.
- [46]. R. J. Buford, E. C. Green, and M. J. McClung, "A microwave frequency sensor for noninvasive blood-glucose measurement," in *Sensors Applications Symposium, 2008. SAS 2008. IEEE*, pp. 4–7, IEEE, 2008.
- [47]. R. Baghbani, M. A. Rad, and A. Pourziad, "Microwave sensor for non-invasive glucose measurements design and implementation of a novel linear," *IET Wireless Sensor Systems*, vol. 5, no. 2, pp. 51–57, 2015.
- [48]. H. Melikyan, E. Danielyan, S. Kim, J. Kim, A. Babajanyan, J. Lee, B. Friedman, and K. Lee, "Non-invasive in vitro sensing of d-glucose in pig blood," *Medical engineering & physics*, vol. 34, no. 3, pp. 299–304, 2012.

- [49]. Consent of the CHRU Ethical council concerning ethical issues of this study: "Mesure de la glycémie par ondes électromagnétiques," septembre 2012.
- [50]. Varadan V., Jose K. A. et Varadan V. K., "In Situ Microwave Characterization of Nonplanar Dielectric Objects", IEEE Transaction on Microwave Theory and Techniques, vol. 48, no. 3, March 2000.
- [51]. Ghodgaonkar D. K., Varadan V. V., and Varadan V. K., "Free-space measurement of complex permittivity and complex permeability of magnetic materials at microwave frequencies", IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 39, pp. 387–394, April 1990.
- [52]. Jose K. A., Varadan V. et Varadan V. K. "Wideband and nonconductor characterization of the complex permittivity of liquids", IEEE Microwave and Optical Technology Letters, vol. 30, no. 2, July 2001.
- [53]. A. J. Canos, P. J. Plaza-Gonzalez, F. Penaranda-Foix, and J. M. Catala-Civera, "Non-invasive microwave sensors for the monitoring of the state of liquids used in the polyurethane industry," in Sensor Technologies and Applications, 2007. SensorComm 2007. International Conference on, pp. 56–61, IEEE, 2007.
- [54]. H. Kawabata et Y. Kobayashi "Accurate measurements of complex permittivity of liquid based on a TM₀₁₀ mode cylindrical cavity method" European Microwave Conference, 2005.
- [55]. S. Kim, H. Melikyan, J. Kim, A. Babajanyan, J.-H. Lee, L. Enkhtur, B. Friedman, and K. Lee, "Noninvasive in vitro measurement of pig-blood d-glucose by using a microwave cavity sensor," Diabetes research and clinical practice, vol. 96, no. 3, pp. 379–384, 2012.
- [56]. B. Kapilevich, A. Yahalom, B. Litvak, and D. Mihaeli, "Microwave diagnostics of some biomedical solutions using cylindrical resonator," in EUROCON 2009, EUROCON'09. IEEE, pp. 128–133, IEEE, 2009.
- [57]. G. Gennarelli, S. Romeo, M. R. Scarf¹, and F. Soldovieri, "A microwave resonant sensor for concentration measurements of liquid solutions," IEEE Sensors Journal, vol. 13, no. 5, pp. 1857–1864, 2013.
- [58]. B. Kapilevich and B. Litvak, "Microwave sensor for accurate measurements of water solution concentrations," in Microwave Conference, 2007. APMC 2007. Asia-Pacific, pp. 1–4, IEEE, 2007.
- [59]. Guoxin Cheng, Lie Liu, Dan Cai and Chengwei Yuan, Microwave measurement of dielectric properties using the TM₀₁₁ and TE₀₁₁ modes excited by a generalized nonradiative dielectric resonator, Meas. Sci. Technol. 23 (2012).

- [60]. E. Shaforost, N. Klein, S. Vitusevich, A. Barannik, and N. Cherpak, "High sensitivity microwave characterization of organic molecule solutions of nanoliter volume," *Applied physics letters*, vol. 94, no. 11, p. 112901, 2009.
- [61]. A. Gubin, A. Barannik, N. Cherpak, S. Vitusevich, A. Offenhaeusser, and N. Klein, "Whispering-gallery mode resonator technique for characterization of small volumes of biochemical liquids in microfluidic channel," in *Microwave Conference (EuMC), 2011 41st European*, pp. 615–618, IEEE, 2011.
- [62]. S. Kim, J. Kim, A. Babajanyan, K. Lee, and B. Friedman, "Noncontact characterization of glucose by a waveguide microwave probe," *Current Applied Physics*, vol. 9, no. 4, pp. 856–860, 2009.
- [63]. A. Babajanyan, H. Melikyan, S. Kim, J. Kim, K. Lee, and B. Friedman, "Real-time noninvasive measurement of glucose concentration using a microwave biosensor," *Journal of Sensors*, vol. 2010, 2010.
- [64]. J. Kim, A. Babajanyan, A. Hovsepyan, K. Lee, and B. Friedman, "Microwave dielectric resonator biosensor for aqueous glucose solution," *Review of Scientific Instruments*, vol. 79, no. 8, p. 086107, 2008.
- [65]. K. Lee, A. Babajanyan, C. Kim, S. Kim, and B. Friedman, "Glucose aqueous solution sensing by a near-field microwave microprobe," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 148, no. 1, pp. 28–32, 2008.
- [66]. A.K. Verma, N. Nasimuddin et A.S. Omar "Microstrip resonator sensors for determination of complex permittivity of materials in sheet, liquid and paste forms" *IEEE Proceedings – Microwave Antennas and Propagation*, vol. 152, n°1, février 2005.
- [67]. W. Withayachumnankul, K. Jaruwongrunsee, A. Tuantranont, C. Fumeaux et D. Abbott "Metamaterial-based microfluidic sensor for dielectric characterization" *Sensors And Actuators*, vol. 189, pp.233-237, 2013.
- [68]. Rosidah Alias, 'Structural Structural and Dielectric Properties of Glass – Ceramic Substrate with Varied Sintering Temperatures', book edited by BurcuErtuğ, ISBN 978-53-51-0974-7, February 6, 2013.
- [69]. Mario MAGLIONE, Rodolphe DECOURT, *Matériaux Diélectrique*, Livre, 2010.
- [70]. Damien Gignoux, Jean-Claude Peuzin, *Physique de diélectrique*, Livre, 2009.
- [71]. Djamel ALLAL, Alexis LITWIN, Measurement of the complex permittivity of reference liquids for the determination of the Specific Absorption Rate (SAR), *REVUE FRANÇAISE DE MÉTROLOGIE* no 33, Volume 2014.

- [72]. J.-C. MAGE and M. Labeyrie, "Les matériaux diélectriques pour résonateurs hyperfréquences," *Onde électrique*, vol. 70, no. 5, pp. 6–13, 1990.
- [73]. Robert FOURNIÉ, Roland COELHO, *Diélectriques- Bases théoriques*, Livre, 2000.
- [74]. C. J. F. Böttcher, O. C. van Belle, P. Bordewijk, and A. Rip, *Theory of electric polarization*, vol. 2. Elsevier Science Ltd, 1978.
- [75]. M. Davies, N. Hill, W. Vaughan, and A. Price, "Dielectric properties and molecular behaviour," Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1969.
- [76]. D. El Khaled, N. N. Castellano, J. A. Gázquez, A.-J. Perea-Moreno, and F. ManzanoAgugliaro, "Dielectric spectroscopy in biomaterials: Agrophysics," *Materials*, vol. 9, no. 5, p. 310, 2016.
- [77]. S. Ryyänen, "The electromagnetic properties of food materials: a review of the basic principles," *Journal of Food Engineering*, vol. 26, no. 4, pp. 409–429, 1995.
- [78]. Debye P., "Polar molecules ", Edition New York: The chemical catalog, 1929.
- [79]. A.K. Jonscher, "Dielectric relaxation in solids", Chelsea Dielectrics Press, London, 1983.
- [80]. Cole K. S., R. H. Cole, "Dispersion and absorption in dielectrics. I. Alternating current characteristics ", *Journal of Chemical Physics*, Vol. 9, pp. 341-351, 1941.
- [81]. Davidson, D. W. & Cole, R. H. *J. chem. Phys.* 19, 1484–1490 (1951).
- [82]. S. Havriliak, S. Negami, A complex plane representation of dielectric and mechanical relaxation processes in some polymers, *Polymer*, Volume 8, Pages 161-210, ISSN 0032-3861, 1967.
- [83]. Arrhenius S. *Recherche sur la conductibilité galvanique des électrolytes*. Ed Kongl. Boktryckeriet, 1884.
- [84]. U. Kaatze, *J. Chem. Eng. Data*, vol. 34, no. 4, pp. 371–374 (1989).
- [85]. W. Ellison, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 36, no. 1, pp. 1–18 (2007).
- [86]. H. J. Liebe, G. A. Hufford, and T. Manabe, *Int. J. Infrared Millimeter Waves*, vol. 12, no. 7, pp. 659–675 (1991).
- [87]. T. Meissner and F. J. Wentz, *IEEE Trans. Geosci. Remote Sens.*, vol. 42, no. 9, pp. 1836–1849 (2004).
- [88]. A. Stogryn, H. Bull, K. Rubayi, and S. Iravanchy, "The microwave permittivity of sea and fresh water," GenCorp Aerojet, Azusa, CA (1995).

Chapitre II : Mesures Des Caractéristiques Des Composants Dans Des Solutions Chimiques Et Dans Le Sang Total

Sommaire

Chapitre II : Mesures Des Caractéristiques Des Composants Dans Des Solutions Chimiques Et Dans Le Sang Total.....	63
2.1. Introduction	65
2.2. Expérimentation.....	66
2.2.1. Choix de la technologie pour effectuer des mesures.....	66
2.2.2. Principes et méthode de mesure.....	67
2.2.3. Mesure de la permittivité diélectrique de l'eau	68
2.2.4. Permittivité diélectrique des solutions aqueuses de glucose.....	72
2.2.5. Détermination de la viscosité d'une solution aqueuse	79
a) Méthode de mesure.....	79
b) Préparation des solutions chimiques.....	80
c) Résultats de mesures	81
2.3. Modélisation	81
2.3.1. Modèle de l'eau desionisée	81
a) Construction de Dataset	82
b) Résultats et discussion	89
c) Conclusion	95
2.3.2. Modèle de la permittivité diélectrique du glucose.....	95
a) Construction de Dataset	95
b) Validation du nouveau modèle en comparant avec de nouvelles données expérimentales de la permittivité diélectrique complexe.....	100
c) Conclusion	103
2.3.3. Modèle de la viscosité de glucose.....	103
a) Validation du modèle.....	103
b) Conclusion	104
2.3.4. Modèle de la viscosité de l'eau	105
a) Validation du modèle.....	105
2.3.5. Temps de relaxation et viscosité	105
2.4. Conclusion	107
Bibliographie du chapitre II	109

2.1. Introduction

Le chapitre précédent nous a dirigés vers les technologies microondes. Le développement de tels dispositifs pour l'analyse de liquides nécessite tout d'abord de mieux comprendre les mécanismes qui déterminent la sensibilité de ces biocapteurs, et en particulier l'interaction entre le fluide et le champ électromagnétique.

La propagation d'une onde électromagnétique dans un matériau dépend de ses propriétés électriques et magnétiques. La connaissance précise de ces propriétés est extrêmement importante, d'une part pour fournir des informations critiques nécessaires pour la conception, la modélisation et la fabrication des capteurs, et d'autre part parce qu'elles doivent être maîtrisées dans la perspective des circuits/structures proposés. La permittivité des liquides, en particulier des solutions aqueuses de glucose dans notre cas, est un paramètre essentiel pour la compréhension des mécanismes de couplage fluide/champ électromagnétique qui existent dans les biocapteurs hyperfréquences. La valeur de la permittivité d'une telle solution dépend de sa nature et de ses structures moléculaires. Dans ce contexte, nous pouvons aussi parler de la viscosité qui est un facteur important à prendre en compte dans la caractérisation des solutions étudiés et notamment sa dépendance en température.

Comme la valeur des paramètres électromagnétiques dépend fortement de la température (et par conséquent de la viscosité) et des fréquences de mesure qui sont imposées par le type d'application utilisée, il est nécessaire de développer des modèles capables de caractériser les solutions étudiées à la fréquence et à la température désirées.

Pour atteindre cet objectif, de nouvelles données expérimentales de la permittivité et de la viscosité pour des solutions glucose/eau ont été effectuées. Ces mesures avec d'autres données obtenues grâce à la littérature sont utilisées pour développer et valider de nouveaux modèles numériques de la permittivité relative complexe et de la viscosité pour les solutions étudiées. Ces modèles seraient plus réalistes et permettraient de mieux comprendre et d'analyser la réponse électrique du glucose dans le sang humain sous l'effet d'un champ électrique.

Dans un premier temps, nous avons commencé par analyser et interpréter l'interaction entre le champ électromagnétique et la solution à étudier, afin de développer des modèles qui permettent d'identifier la nature de cette solution. Ensuite, des données expérimentales

effectuées pour l'eau pure et pour des solutions aqueuses de glucose sont présentées. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous présentons les nouveaux modèles numériques proposés, ainsi qu'une comparaison avec l'état de l'art et des nouvelles données expérimentales afin de valider ces modèles.

2.2. Expérimentation

2.2.1. Choix de la technologie pour effectuer des mesures

La technique en sonde répond à notre besoin en termes de largeur de bande de fréquences d'une part, et simplifie les problèmes d'utilisation des échantillons d'autre part. Nous allons par conséquent utiliser cette méthode pour mesurer les caractéristiques diélectriques de la solution à analyser. La Figure II.1 montre le système choisi pour mesurer la permittivité en fonction de la température. Une sonde coaxiale à extrémité ouverte (Agilent 85070E open-ended coaxial probe) qui est classée comme une méthode de réflexion sans-résonance a été utilisée pour déterminer la permittivité diélectrique constante dans la bande de fréquences allant de 200 MHz à 50 GHz (Annexe B) [1]. Un modèle analytique permet ensuite de calculer la permittivité diélectrique à partir du coefficient de réflexion.

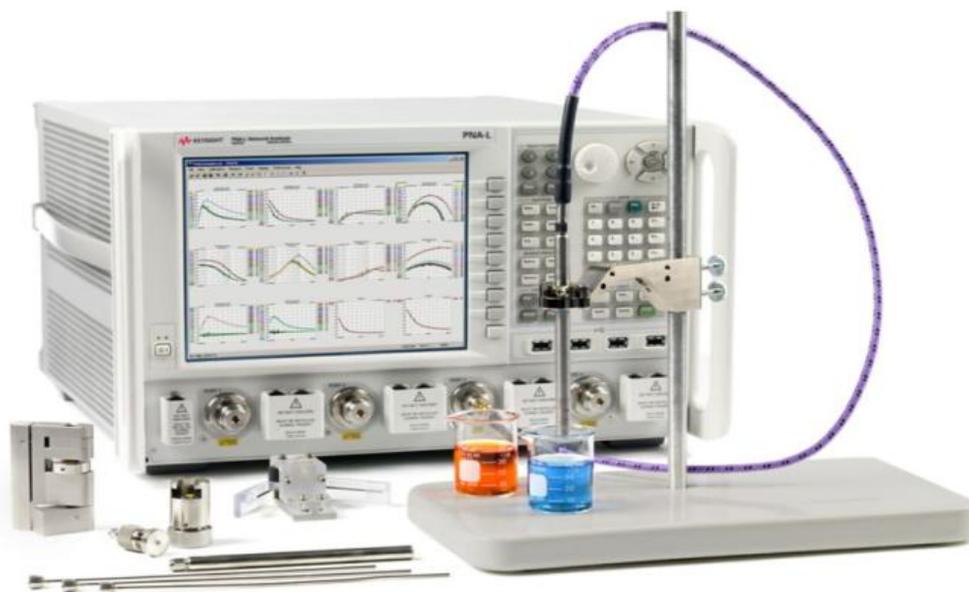


Figure II. 1: La méthode de la sonde coaxiale 85070E par réflexion [1].

La procédure de mesure consiste à immerger la sonde dans un échantillon liquide ou à poser la sonde en contact avec un échantillon solide. Un logiciel contrôle l'analyseur de réseau et guide facilement l'utilisateur à travers les étapes de configuration et de mesure. En quelques secondes, il calcule et affiche une permittivité complexe dans une variété de

formats, y compris la constante diélectrique, le facteur de perte diélectrique et la tangente de perte ou encore le Cole-Cole.

2.2.2. Principes et méthode de mesure

Une fois la sonde calibrée avec les trois standards ‘ouvert dans l’air’, ‘court-circuit’ et l’eau désionisée’ (Annexe B), nous pouvons caractériser les liquides à mesurer. La Figure II.2 montre le système utilisé pour mesurer la permittivité du liquide en fonction de la température. La sonde coaxiale est utilisée pour effectuer les mesures sur une large bande de fréquences allant de 200 MHz à 50 GHz. Le système global est basé sur un analyseur de réseau qui permet de mesurer le liquide sous test placé en contact avec la sonde. Un logiciel basé sur un modèle analytique est installé sur un ordinateur et est connecté avec l’analyseur de réseau. Il permet l’acquisition directe des données et le calcul de la permittivité diélectrique à partir du coefficient de réflexion. Un thermorégulateur permet de chauffer le liquide ou de le refroidir.

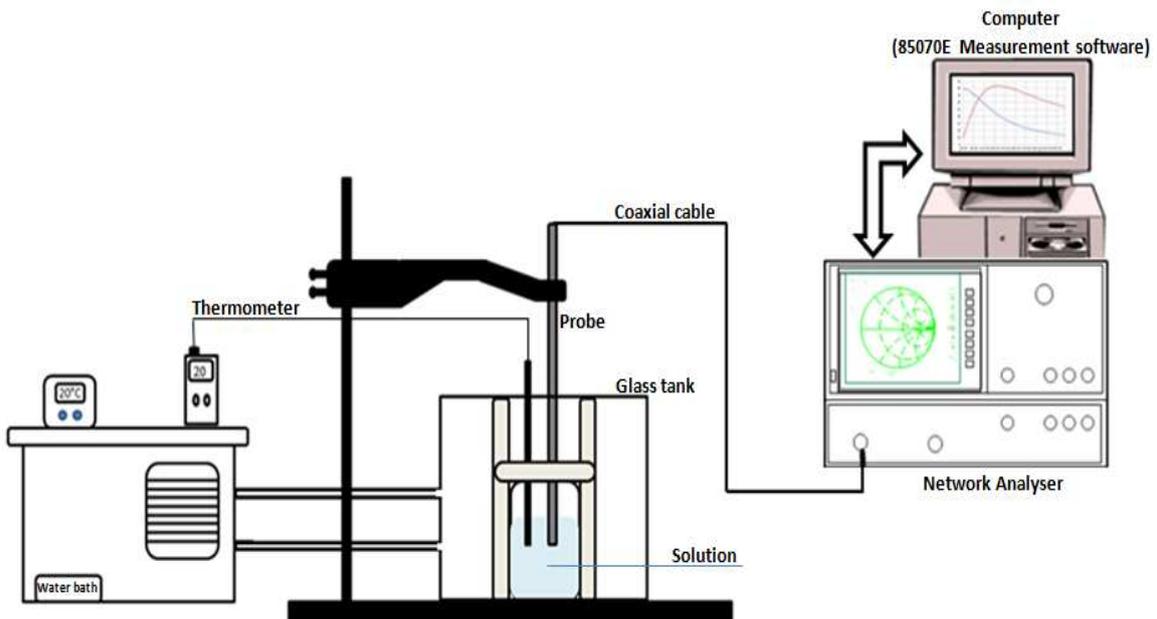


Figure II. 2: Schéma de principe du dispositif expérimental basé sur la sonde coaxiale Agilent 85070E en circuit-ouvert.

Afin de garantir une bonne précision et de connaître le taux d'erreur, il est nécessaire de mesurer les caractéristiques diélectriques de l'eau désionisée à la température ambiante avant et après la mesure de chaque solution (voir Figure II.3).

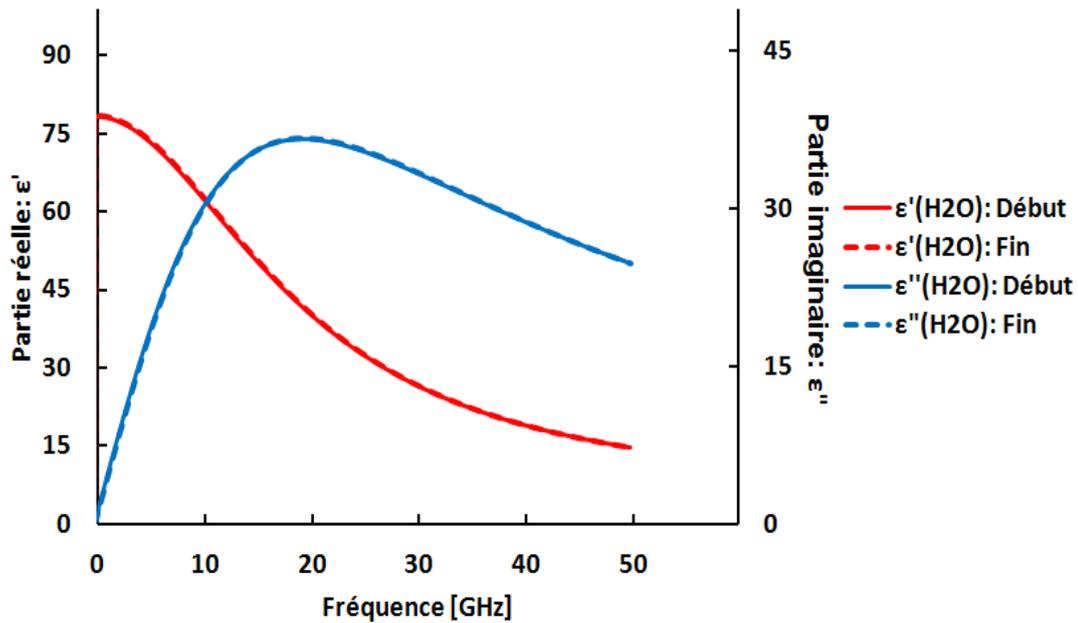


Figure II. 3: Caractéristique de l'eau désionisée avant et après les mesures du liquide.

Nous remarquons d'après la Figure II.3, qu'il n'y a pas de changement notable entre les parties réelles et les parties imaginaires de la permittivité diélectrique de l'eau désionisée au début et à la fin des mesures. Ceci veut dire que la référence de mesure reste stable durant toutes les mesures.

2.2.3. Mesure de la permittivité diélectrique de l'eau

Les propriétés physico-chimiques des liquides sont directement liées à leurs propriétés structurales, et plus particulièrement à la capacité plus ou moins importante des molécules à former des liaisons hydrogène entre-elles. La molécule d'eau H_2O est une petite molécule angulaire et symétrique qui possède un moment dipolaire important (1.58 Debye). Ce moment dipolaire élevé ne peut être expliqué que par l'existence de deux paires d'électrons libres. Les deux paires et les deux liaisons sont orientées sous forme d'un tétraèdre donnant une structure similaire à celle de la glace dans laquelle il y a des liaisons hydrogène (liaisons H) $O-H \dots O$ résultant de l'interaction entre l'hydrogène d'une liaison $O-H$ d'une première molécule d'eau et d'une paire d'électrons libre d'un oxygène d'une autre molécule d'eau. A ces importantes propriétés de polarité s'ajoute le fait que les atomes d'hydrogène avec leur faible rayon atomique peuvent s'approcher étroitement des atomes d'oxygène, ce qui génère des forces d'attraction relativement fortes. C'est ce que l'on appelle un pont hydrogène ou une liaison hydrogène (Figure II.4) [2].

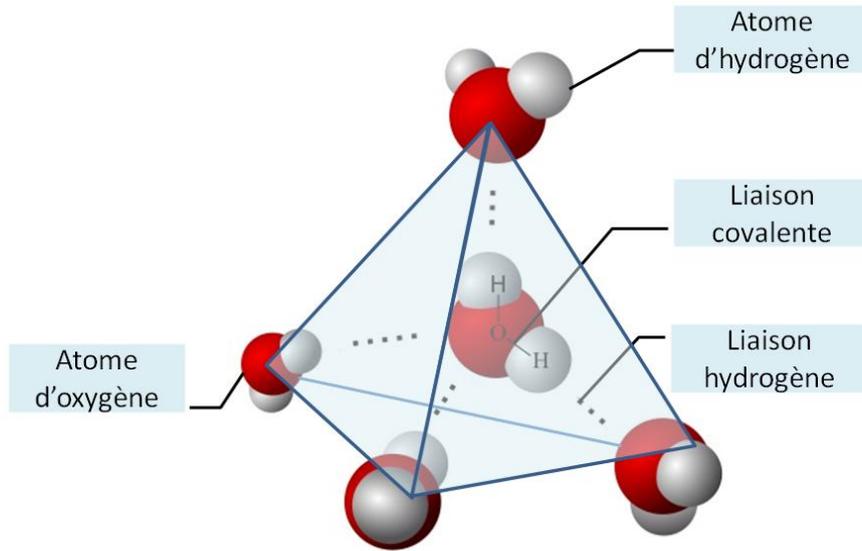


Figure II. 4: Structure tétraédrique des molécules d'eau.

L'eau est le seul liquide à développer un aussi grand nombre de ces liaisons hydrogène qui jouent un rôle extrêmement important en lui conférant des propriétés très particulières. Malgré la présence de ces liaisons dans l'eau liquide, les molécules d'eau ont encore la possibilité de changer de positions car l'agitation thermique est encore importante et a pour effet principal de permettre à ces liaisons de se tordre.

Dans un premier temps et pour regarder l'évolution fréquentielle de la permittivité diélectrique de l'eau désionisée, nous l'avons mesuré à la température ambiante. Le résultat de la mesure est présenté dans la Figure II.5.

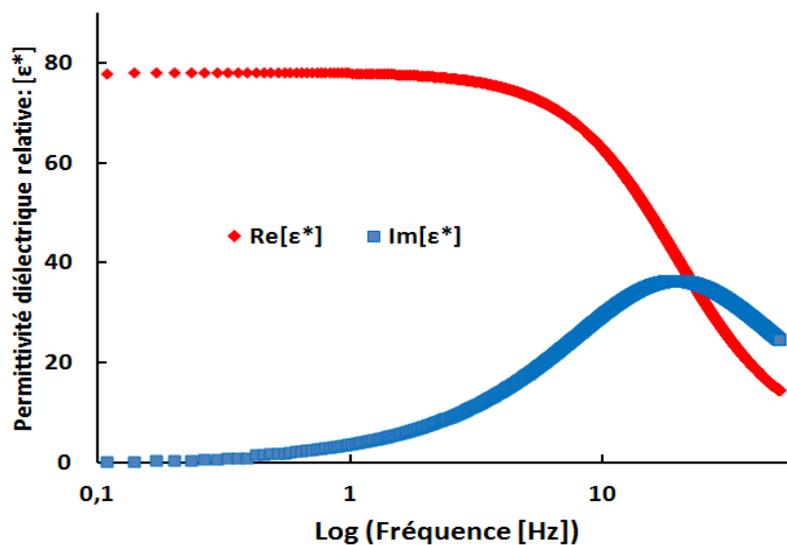


Figure II. 5: Permittivité diélectrique de l'eau désionisée à la température ambiante: ϵ' (rouge) et ϵ'' (bleu).

Comme énoncé dans le premier chapitre, les propriétés diélectriques des liquides polaires évoluent fortement en fonction de la fréquence. Nous remarquons, d'après la Figure II.5, une forte variation des permittivités de l'eau lorsqu'on applique un champ électrique local. Dans ce cas, il y a une création d'un moment qui tend à aligner les dipôles dont la direction du champ appliqué pendant une durée correspondant au temps de relaxation, ceci explique le mécanisme de polarisation dipolaire. La partie réelle de la permittivité (Figure II.5 en rouge) varie brusquement à 50 GHz entre 78.4 du côté des basses fréquences et 14.6 du côté des hautes fréquences et passe par une transition autour de 20 GHz. Par contre, la partie imaginaire (en bleu) présente un maximum à 19.2 GHz, fréquence à laquelle se produit la relaxation.

Eau désionisée	ϵ_s	ϵ_∞	τ_R (Ps)
Température ambiante	78.4	5[7]	8.28

La température a un effet significatif sur les propriétés diélectriques de l'eau. En effet, lorsque la température augmente, l'intensité des liaisons hydrogène (les interactions moléculaires polaires) diminue ce qui permet de séparer les molécules d'eau et d'augmenter la distance entre elles (voir Figure II.6). Dans ce cas, les polarités de l'eau diminuent. Ceci veut dire que la quantité de l'énergie stockée dans le milieu diminue également impliquant la décroissance de la partie réelle de la permittivité diélectrique. L'élévation de la température s'accompagne également d'une diminution des frottements entre les molécules induisant une diminution des pertes diélectriques (partie imaginaire de la permittivité diélectrique). Dans ce contexte, nous pouvons parler de la viscosité qui est un facteur important qui explique clairement l'effet de la température sur la structure moléculaire du liquide étudié. Pour mettre en évidence ce phénomène, il faut mesurer les permittivités de l'eau en faisant varier la température.

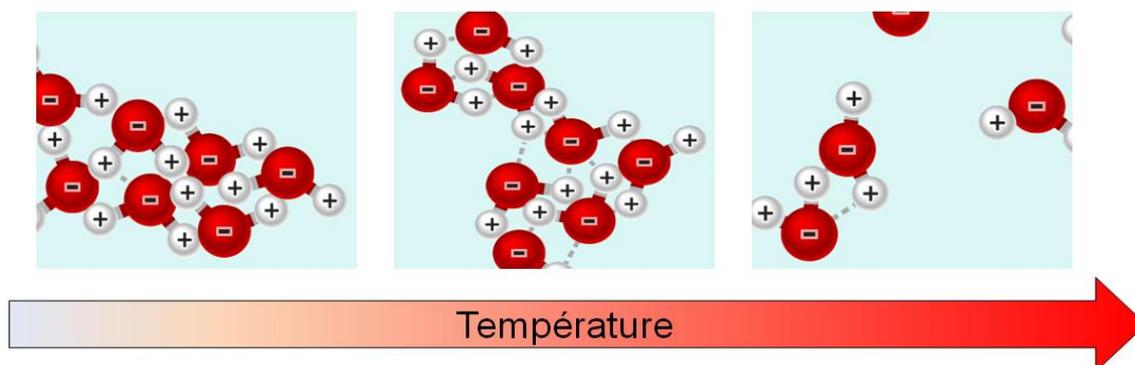


Figure II. 6: Effet de la température sur les structures des molécules d'eau [3].

Nous avons effectué les mesures de l'eau désionisée pour des températures allant de 5° à 45°C dans la bande de fréquence 200 MHz à 50 GHz. La Figure II.7 trace l'évolution fréquentielle des parties réelle et imaginaire de la permittivité relative complexe de l'eau.

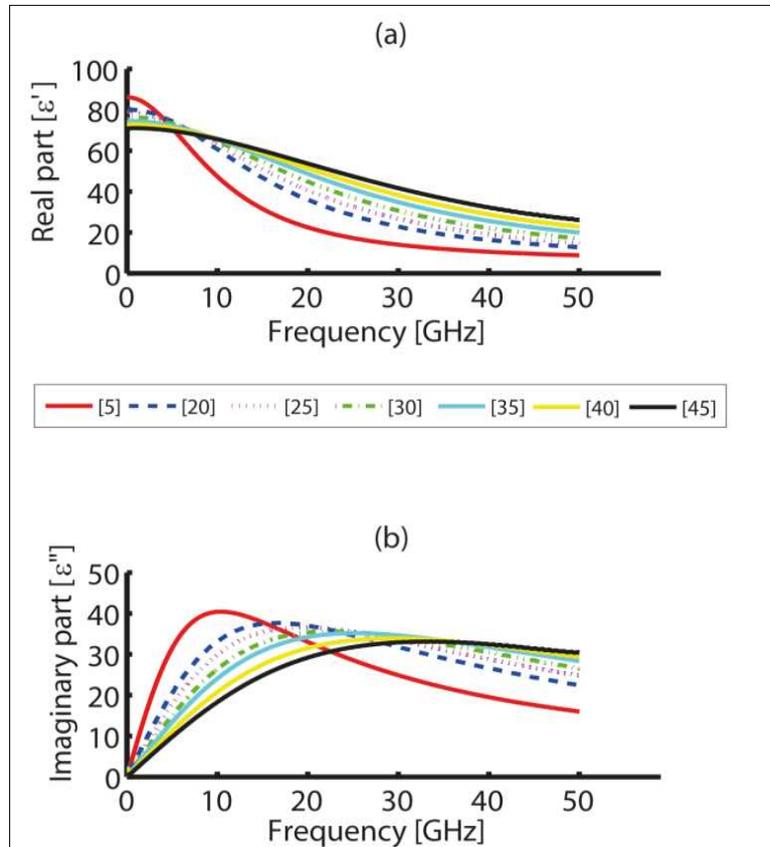


Figure II. 7: Evolution des Permittivités diélectriques relatives de l'eau désionisée en fonction de la température de 5° à 45°C.

Cette figure met en évidence l'impact de la température sur les permittivités diélectriques relatives réelle et imaginaire. Comme énoncé précédemment, aux basses fréquences, plus la température est élevée plus les valeurs des parties réelles et imaginaires sont faibles. Puis autour de 8 GHz, il semble y avoir un point d'inflexion où l'effet de la température devient négligeable. Plus haut en fréquence, une diminution de la température s'accompagne d'une diminution des valeurs des parties réelle et imaginaire de la permittivité diélectrique.

La nature polaire de l'eau fait de l'eau liquide un puissant solvant des substances ionisables et des substances polaires. L'eau est donc un solvant particulièrement efficace, pour cela nous allons l'utiliser pour préparer des solutions aqueuses de glucose à diverses concentrations dans le but de déterminer et de mesurer ses caractéristiques diélectriques.

2.2.4. Permittivité diélectrique des solutions aqueuses de glucose

Dans le cas de l'eau pure (Figure II.8.a), les molécules d'eau forment de très nombreuses liaisons hydrogène entre-elles et s'organisent en réseau tétraédrique. La présence de glucose dans l'eau génère de nombreuses cassures dans le réseau de liaisons hydrogène de l'eau, et l'arrangement tétraédrique du solvant (eau) va ainsi perdre de sa coopérativité. Les schémas de la Figure II.8.b, II.8.c et II.8.d présentent l'évolution des interactions (solvant-solvant, solvant-soluté et soluté-soluté) en fonction de la concentration en glucose. Nous remarquons que les interactions par formation de liaisons hydrogène entre molécules de solvant sont majoritaires en milieu fortement dilué (Figure II.8.b). Pour des concentrations relativement élevées, les interactions sucre-sucre et eau-sucre deviennent importantes, et la dynamique des molécules d'eau diminue. Cette diminution de la dynamique est à rapprocher de l'augmentation de la viscosité du milieu.

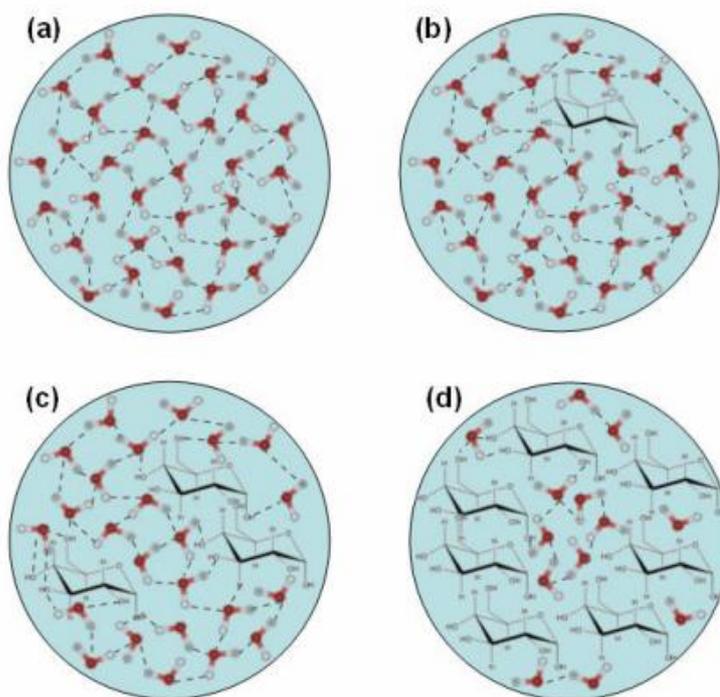


Figure II. 8: Schéma descriptif de l'effet de la concentration du glucose sur la structure de l'eau [4].

Nous remarquons d'après la Figure II.9, que la distance entre les molécules de glucose diminue avec l'augmentation de la concentration du glucose ce qui implique une diminution du nombre des liaisons hydrogène de chaque molécule du soluté. Il y a, en effet, des molécules d'eau qui partagent ses liaisons hydrogène avec plusieurs molécules du soluté. Dans ce cas, les polarités de la solution diminuent ce qui implique une diminution de la partie réelle de la permittivité diélectrique. Afin de mettre en évidence cet effet, nous avons mesuré

les permittivités diélectriques (partie réelle et partie imaginaire) des solutions aqueuses de glucose à diverses concentrations.

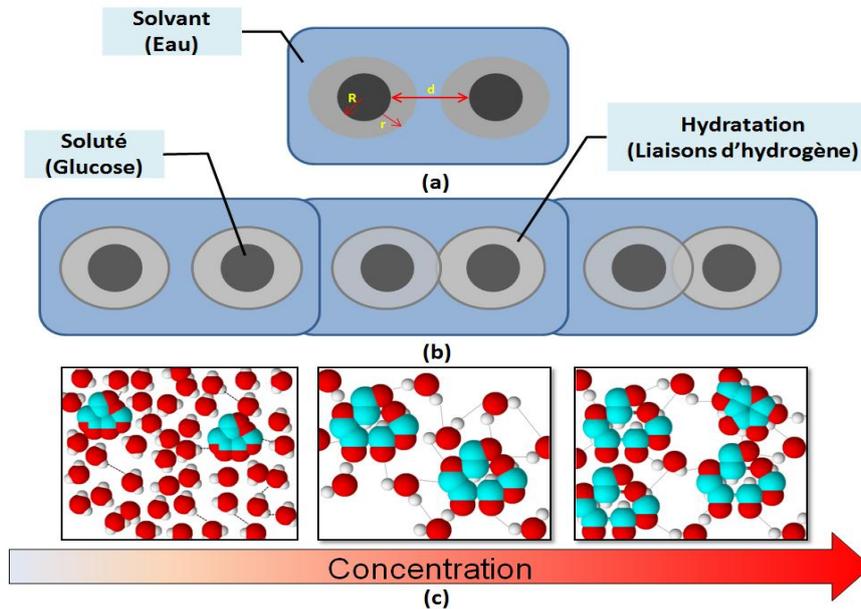


Figure II. 9: Distribution moléculaire (soluté et hydratation) en fonction de la concentration du glucose.

Dans un premier temps et pour regarder l'évolution fréquentielle de la permittivité diélectrique des solutions aqueuses de glucose, nous avons mesuré la solution de glucose à la température ambiante. Nous rappelons qu'il est nécessaire de mesurer les permittivités de l'eau désionisée (prise à la température ambiante) avant et après les mesures afin de vérifier le taux d'erreur des mesures (Figure II.12). La Figure II.10 représente l'évolution des parties réelle et imaginaire de la permittivité en fonction de la fréquence pour les solutions aqueuses de glucose à différentes concentrations.

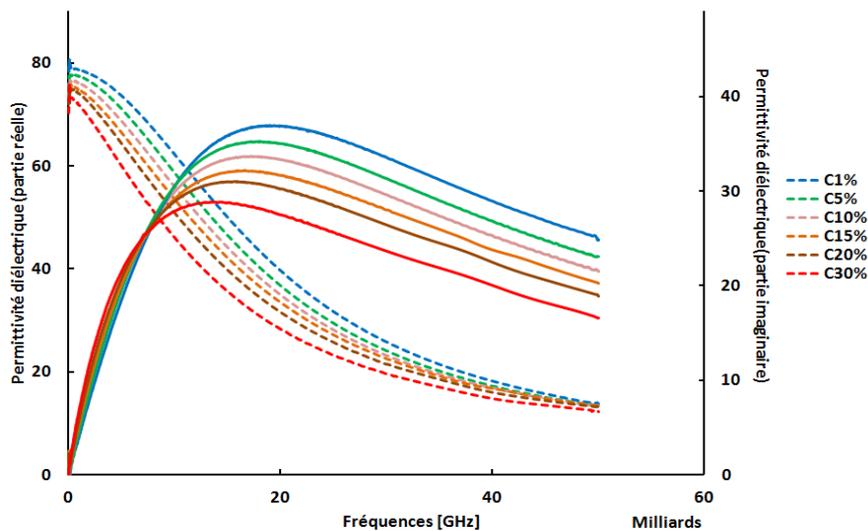


Figure II. 10: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose à différentes concentrations mesurées à la température ambiante: partie réelle (lignes pointillées) et partie imaginaire (lignes pleines).

Nous notons d'après cette figure que plus la concentration est élevée plus la partie réelle est faible. D'autre part, aux basses fréquences, plus la concentration est élevée plus les pertes diélectriques (partie imaginaire) sont élevées. Autour de 10 GHz, il semble y avoir un point d'inflexion où l'effet de la concentration est assez faible. Plus haut en fréquence, la diminution de la concentration s'accompagne d'une augmentation de la valeur de la partie imaginaire de la permittivité diélectrique. Pour expliquer l'effet de l'inversion de la variation des pertes diélectriques entre les basses et les hautes fréquences, nous représentons sur la Figure II.11 les réponses électromagnétique de chacun des trois constituants de la solution aqueuse de glucose (soluté, hydratation et l'eau).

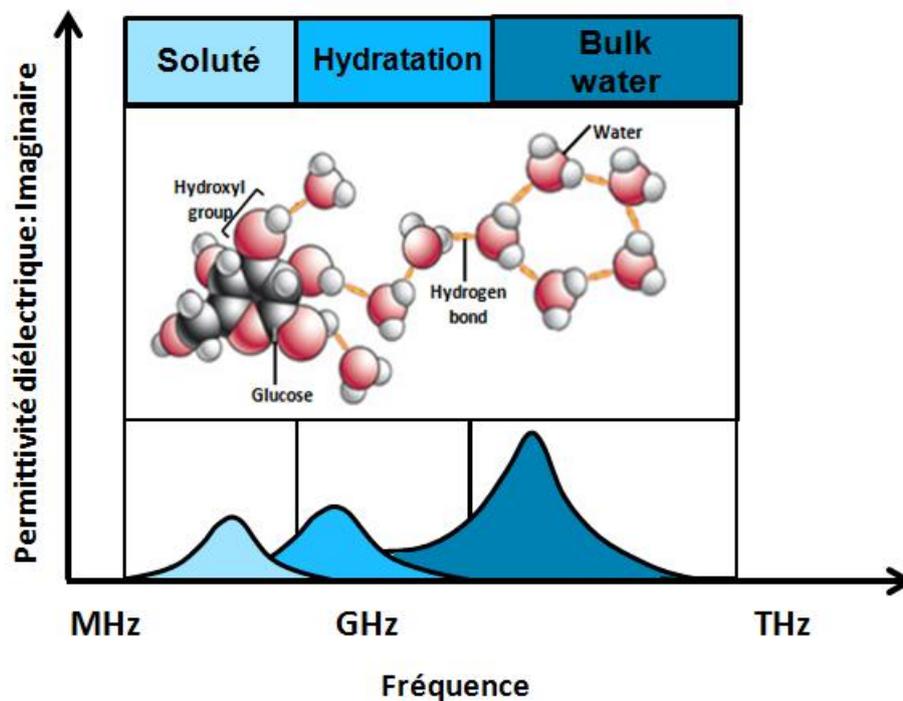


Figure II. 11: Représentation des réponses électromagnétiques des constituants d'une solution aqueuse de glucose.

D'après cette figure, nous constatons qu'aux basses fréquences, l'effet du soluté est prédominant. Ceci explique à ces fréquences l'augmentation des pertes diélectriques (frottement intermoléculaire) avec l'augmentation de la concentration en glucose. A contrario, aux fréquences élevées, c'est l'effet des molécules d'eau qui prédomine où le nombre de molécules d'eau (Bulk water) diminuent lorsque la concentration du glucose augmente, ce qui entraîne une diminution des pertes diélectrique. D'autre part, la viscosité de la solution étant modifiée avec la variation de la concentration du glucose, la permittivité diélectrique du milieu est également modifiée. L'étude portant sur la viscosité de la solution sera étudié dans la suite de ce chapitre.

L'évolution fréquentielle de la permittivité diélectrique (partie réelle et imaginaire) avant et après les mesures des solutions aqueuses de glucose est présentée sur la Figure II.12. Nous remarquons qu'il n'y a pas de changement notable entre les parties réelles et les parties imaginaires de la permittivité diélectrique de l'eau désionisée au début et à la fin des mesures. Nous vérifions ainsi que la référence de mesure commune à tous les échantillons reste stable.

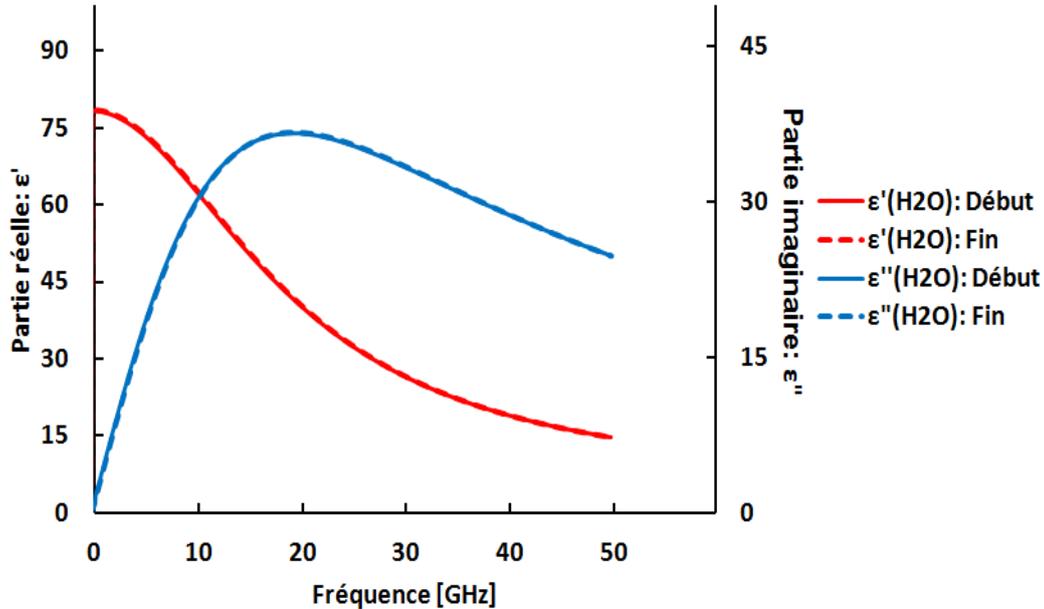


Figure II. 12: Caractéristique de l'eau désionisée avant et après les mesures des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose.

La température a toujours un effet sur les caractéristiques diélectriques de liquides. Il est intéressant par conséquent d'étudier l'évolution de la permittivité d'une solution aqueuse de glucose en fonction de sa concentration, la température environnante et la fréquence de mesure. Afin d'assurer les variations en température, On utilise un thermorégulateur pour pouvant chauffer et refroidir le liquide dans l'intervalle de température entre 20° et 45°C. Les résultats de mesures sont représentés dans les Figures II.13-II.16. Pour les températures supérieures à 30°C, nous avons rencontré un problème lors de la mesure en haute fréquences. Ce problème peut être du à la présence de bulles d'air lors de la mesure à haute température, ou à un problème dans le câble utilisé. Pour cela nous nous sommes limités à la bande de fréquence allons de 200MHz à 35 GHz dans un intervalle de température entre 20°C et 45 °C (Voir Figures II.13-II.14).

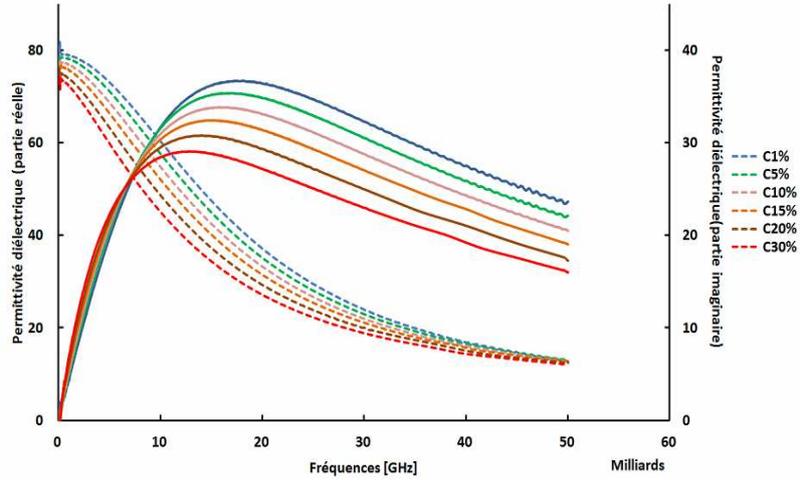


Figure II. 13: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose à différentes concentrations à 20 °C: partie réelle (lignes pointillées) et partie imaginaire (lignes pleines).

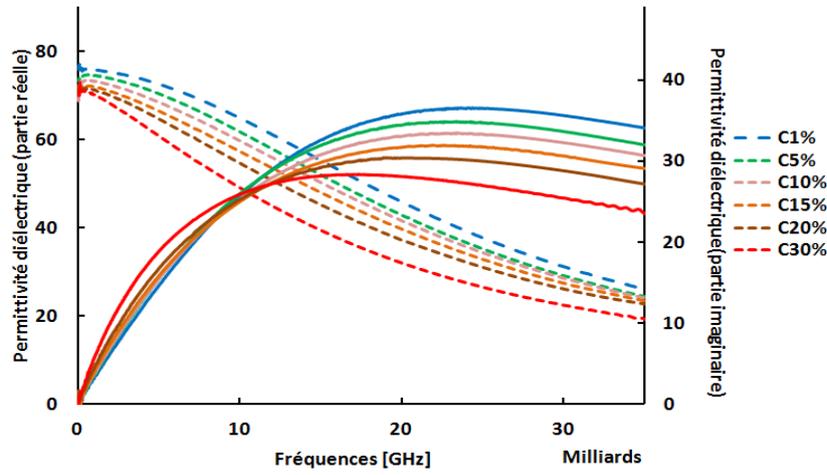


Figure II. 14: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose à différentes concentrations à 34 °C: partie réelle (lignes pointillées) et partie imaginaire (lignes pleines).

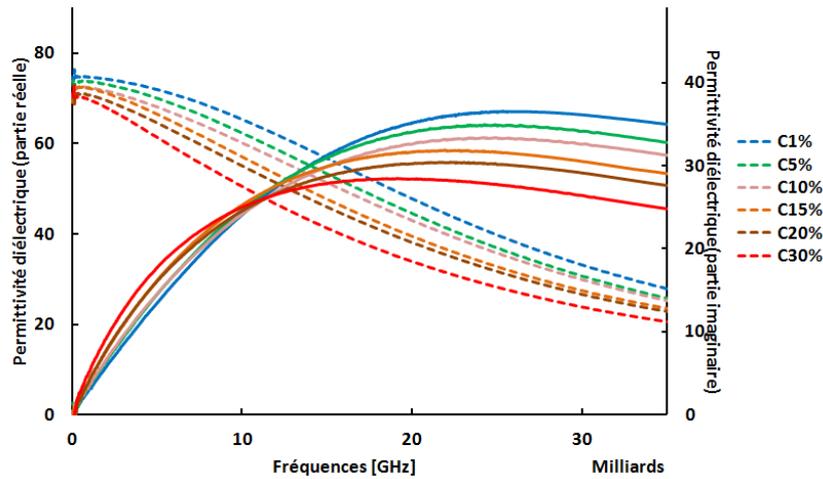


Figure II. 15: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose à différentes concentrations à 37 °C: partie réelle (lignes pointillées) et partie imaginaire (lignes pleines).

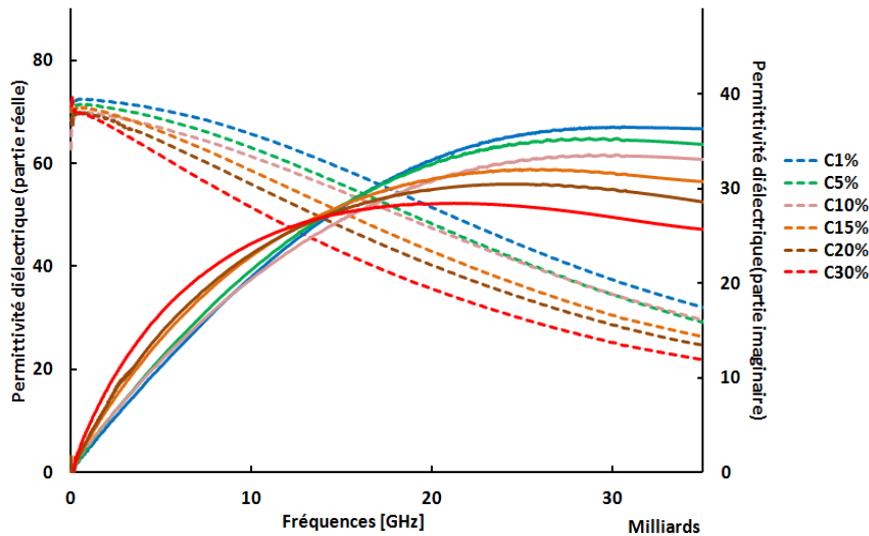


Figure II. 16: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de glucose à différentes concentrations à 45 °C: partie réelle (lignes pointillées) et partie imaginaire (lignes pleines).

Dans la première partie nous avons expliqué que le liquide étudié (solution aqueuse: eau+glucose) a une forte perte diélectrique. Les figures précédentes présentent les évolutions des pertes en fonction de la fréquence. Il est courant dans le domaine des pertes diélectriques de représenter ϵ_r'' en fonction de ϵ_r' qui sont dues aux mécanismes de relaxation et les pertes qui sont dues à la conduction σ_c . Dans ce cas, le facteur de dissipation diélectrique est défini par l'équation suivante:

$$\tan \delta = \frac{\epsilon_r''(\omega) + (\sigma_c / \omega \epsilon_0)}{\epsilon_r'(\omega)} \quad (\text{E II.1})$$

Nous présentons dans la Figure II.17, l'évolution de la partie imaginaire ϵ_r'' de la permittivité diélectrique ϵ_r en fonction de sa partie réelle ϵ_r' dans le cas de l'eau désionisée, ceci pour différentes températures (Figure II.17.a) et pour différentes concentrations de la solution de glucose (Figure II.17.b). D'après ces deux graphes, nous remarquons l'effet de la conductivité aux basses fréquences, laquelle est assez faible dans le cas d'une solution aqueuse de glucose (eau désionisée + glucose). Par contre, dans une autre solution comme le chlorure de sodium (NaCl), nous pouvons remarquer l'effet de la salinité aux basses fréquences. Pour mettre en évidence ce résultat, nous avons préparé des solutions aqueuses de chlorure de sodium à différentes concentrations, afin de mesurer ses permittivités diélectriques en fonction de la fréquence. (Voir Figure II.18).

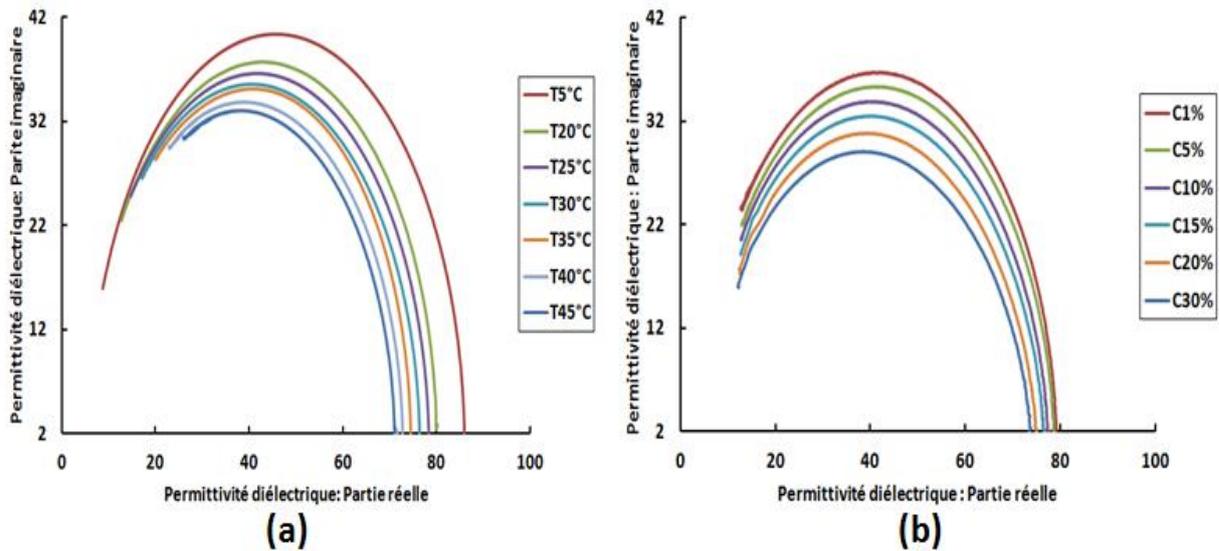


Figure II. 17: Diagramme d'Argand pour: (a) l'eau désionisée en fonction de la température, (b) des solutions aqueuses de glucose en fonction de la concentration.

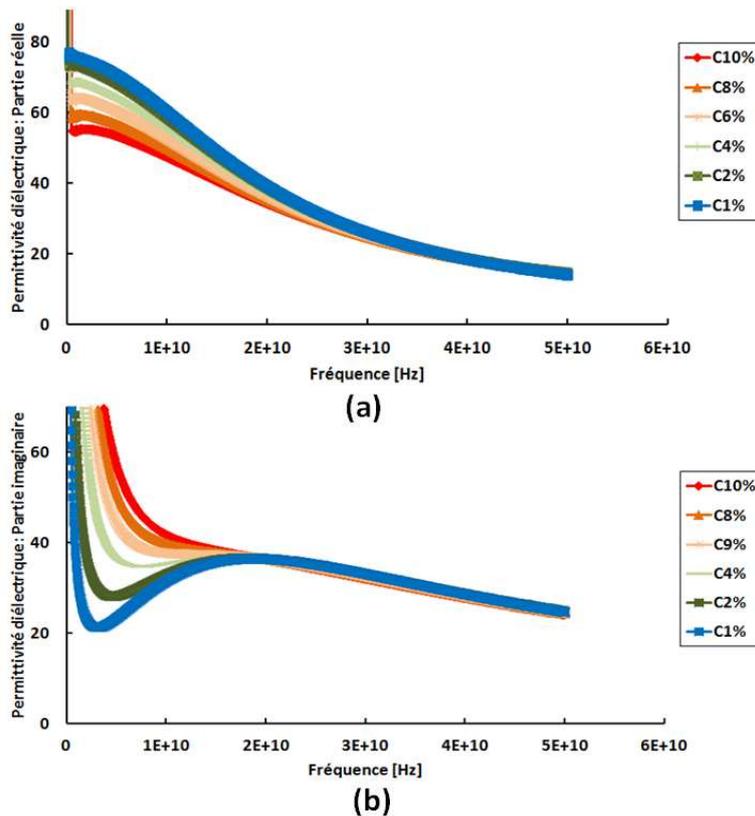


Figure II. 18: Evolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de chlorure de sodium à différentes concentrations à 20 °C: (a) partie réelle, (b) partie imaginaire.

La Figure II.18 présente l'évolution des permittivités diélectriques des solutions aqueuses de chlorure de sodium (NaCl) à différentes concentrations (de 1 à 10 %), en fonction de la fréquence allant de 200 MHz à 50 GHz. Ces réponses permettent de constater l'effet de la salinité de la solution mesurée sur les pertes diélectriques qui sont dues dans ce

cas à la conduction. Dans la Figure II.19, nous présentons le diagramme d'Argand des solutions NaCl reflétant l'évolution de la partie imaginaire de la permittivité diélectrique en fonction de sa partie réelle.

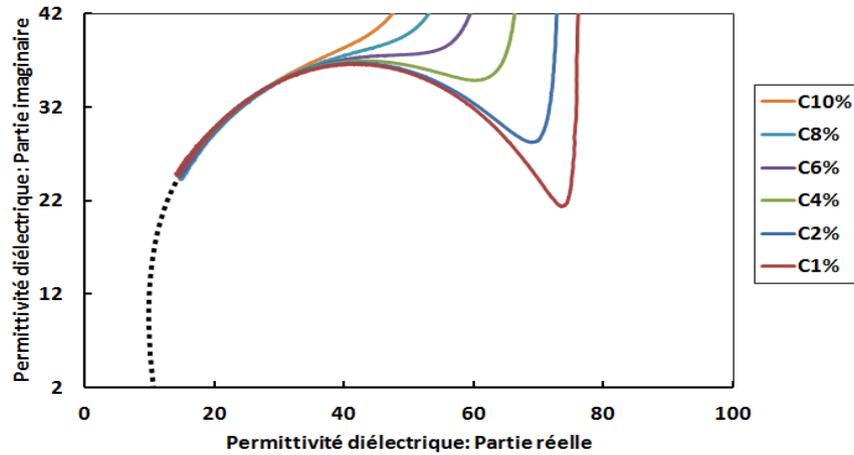


Figure II. 19: Diagramme d'Argand pour des solutions aqueuses de chlorure de sodium (NaCl) à différentes concentrations de 1 à 10 %.

Nous rappelons l'équation d'Einstein qui relie la relaxation du liquide et sa viscosité :

$$\tau = \frac{4\pi r^3 \eta}{KT} \quad (\text{E II.2})$$

Il est par conséquent nécessaire d'étudier l'effet de la viscosité sur le liquide en fonction de sa concentration et en fonction de la température.

2.2.5. Détermination de la viscosité d'une solution aqueuse

Comme la valeur de la permittivité diélectrique dépend aussi de la viscosité, nous allons développer un nouveau modèle de la viscosité du glucose en fonction de la concentration et de la température. Pour atteindre cet objectif, de nouvelles données expérimentales de la viscosité ont été effectuées.

a) Méthode de mesure

La Figure II.20 montre le système utilisé pour mesurer la viscosité du glucose en fonction de la température et de la concentration. Ce viscosimètre a été construit par COUETTE. Il se compose de deux cylindres coaxiaux de rayons R_1 (rayon du cylindre interne) et R_2 (rayon du cylindre externe) [5, 6]. Le liquide étudié est cisailé entre les deux cylindres dont l'un des deux est fixe et l'autre mobile par l'intermédiaire d'un moteur pas à pas. Le système global est basé sur un analyseur, qui permet de calculer et d'afficher les

résultats de mesures sur un écran. Un thermorégulateur permet de chauffer le liquide ou de le refroidir.

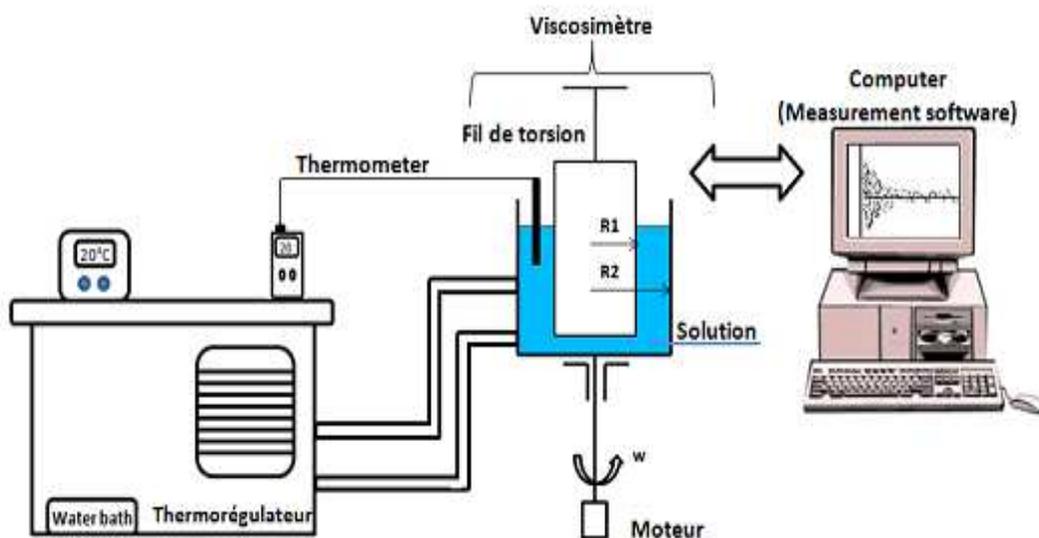


Figure II. 20: Protocole et principe de mesure de la viscosité du liquide étudié.

b) Préparation des solutions chimiques

Le glucose D(+) monohydrate en poudre (99.5%) a été dissout dans l'eau désionisée pour obtenir des solutions aqueuses glucose/eau à plusieurs concentrations (cf. Tableau II.1).

Tableau II. 1: Les différentes concentrations de glucose à mesurer.

Solution	Masse Molaire [g/mol]	Poids [mg]	Volume (eau) [ml]	Concentration [%]
Glucose $C_6H_{12}O_6$	198.15	100	25	10
		250		15
		500		20
		1000		30

Avant de commencer les mesures, il est nécessaire de calibrer le système suivant une procédure basée sur une mesure à vide (Air) du cylindre utilisé pour placer les solutions à étudier. Afin d'obtenir une meilleure précision des mesures. Tous les échantillons ont été mesurés entre 20° et 45°C en utilisant le thermorégulateur.

c) Résultats de mesures

Nous présentons sur la Figure II.21, les variations de la viscosité en fonction de la température pour les quatre concentrations.

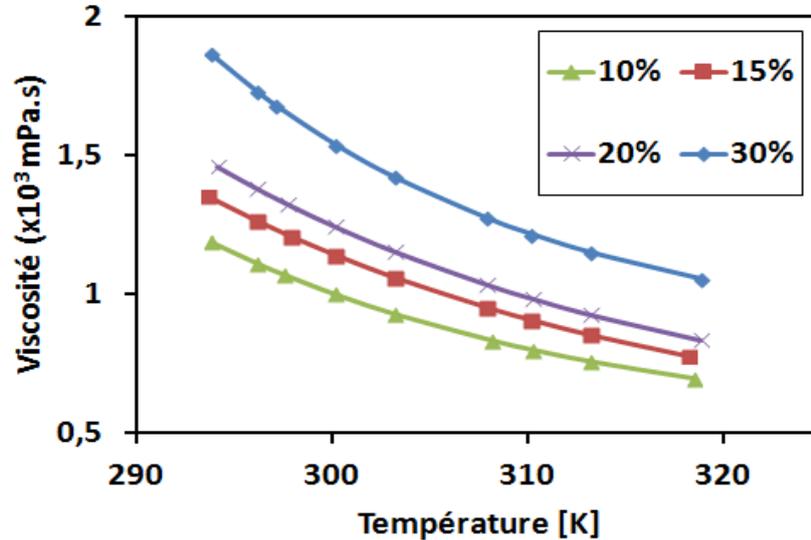


Figure II. 21: Résultats de mesures de la viscosité du glucose en fonction de la température.

Cette figure montre l'augmentation de la viscosité avec l'abaissement de la température et l'accroissement de la concentration, ce qui s'explique physiquement par un ralentissement de la dynamique, qui est complètement liée aux interactions intermoléculaires.

Ces nouvelles mesures avec d'autres données obtenues grâce à la littérature sont utilisées pour développer de nouveaux modèles numériques de la permittivité relative complexe et de la viscosité pour les solutions étudiées. Comme nous l'avons déjà dit, ces modèles seraient plus réalistes et permettraient d'analyser la réponse électrique du glucose dans le sang humain sous l'effet d'un champ électrique.

2.3. Modélisation

2.3.1. Modèle de l'eau desionisée

L'étude faite dans le chapitre I, concernant les modèles de la permittivité diélectrique de l'eau existants dans la littérature [7-11], nous amène à constater qu'il n'existe pas de modèle précis qui couvre une large bande de fréquences et une large gamme de températures. Il est par conséquent nécessaire de développer un nouveau modèle de la permittivité diélectrique de l'eau qui soit plus précis. Le modèle de relaxation de Debye offre un

ajustement précis de la permittivité sur une plus large bande de fréquences. Ce modèle repose sur l'équation II.3 [12].

$$\varepsilon(\omega, T) = \frac{\varepsilon_s(T) - \varepsilon_\infty(T)}{1 + i\omega\tau(T)} + \varepsilon_\infty(T) \quad (\text{E II.3})$$

Nous rappelons que :

- ε_∞ est la permittivité à l'infini (aux très hautes fréquences),
- ε_s est la permittivité statique (aux très basses fréquences),
- τ est le temps de relaxation du liquide,
- ω est la pulsation en rad/s ($\omega = 2\pi f$).
- T est la température en [°C].

a) Construction de Dataset

A partir des résultats de mesures présents dans la littérature, nous avons construit un ensemble de données expérimentales correspondant à la permittivité diélectrique statique $\varepsilon_s(T)$ [7, 10, 13-24] et à la permittivité diélectrique (partie réelle et imaginaire) de l'eau pure sur une large bande de fréquences et de températures [7, 11, 22, 25-46]. Le choix de la bande de fréquences comprise entre 200 MHz et 50 GHz est lié aux phénomènes de relaxation. En effet, il est indiqué dans plusieurs références qu'il existe de nombreux termes de relaxation pour les fréquences plus élevées sans réelle explication de leur importance physique. Nous nous sommes donc limités à une bande qui ne comprend qu'un seul terme de relaxation.

En ce qui concerne la température, notre objectif est de construire un ensemble de données couvrant une large gamme de températures tout en restant compatibles avec la bande de fréquence que nous avons choisie. La Figure II.22 montre la distribution fréquentielle des valeurs de mesures trouvées dans la littérature pour la permittivité diélectrique de l'eau en fonction de la température.

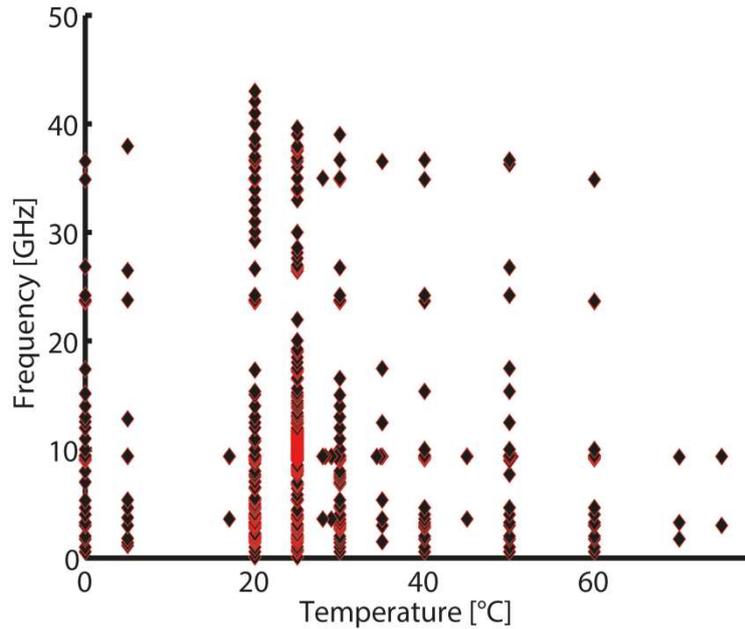


Figure II. 22: Distribution des mesures expérimentales de permittivité diélectrique en fonction de la fréquence et de la température obtenues à partir de la littérature [7, 11, 22, 25-46]

La Figure II.22 montre qu'il n'existe pas beaucoup de données expérimentales pour les températures supérieures à 60° C. Il serait donc intéressant de travailler à des températures allant de 0 ° à 60 ° C pour valider notre approche. Le nombre de valeurs expérimentales [7, 17, 26-31, 36-40, 42-53] de la permittivité diélectrique relative complexe correspondant à chaque température est présenté dans le Tableau II.2.

Tableau II. 2: Nombre de valeurs expérimentales pour la permittivité diélectrique complexe de l'eau à chaque température dans la plage de fréquence indiquée (θ_{\min} - θ_{\max}) [7, 11, 22, 25-46].

Température [°C]	Nombre de points N_{ε}	$\vartheta_{\min} - \vartheta_{\max}$ [GHz]
60	42	0.5 – 35
50	98	0.5 – 37
40	62	0.57 – 37
35	30	3.5 - 37
30	114	0.58 – 40
25	398	0.1 – 40
20	194	0.1 – 40
5	28	1.15 – 38
0	66	0.58 – 37

Ainsi pour faire la synthèse des données existantes dans la littérature, nous avons construit un ensemble de données contenant des données expérimentales pour la permittivité

diélectrique statique et pour la permittivité complexe sur une bande de fréquences allant jusqu'à 50 GHz. Toutes ces données sont collectées pour des températures entre 0 ° et 60 ° C.

A partir de ces données expérimentales, Des fonctions d'interpolation pour la permittivité diélectrique statique et du temps de relaxation par rapport aux variations de température sont déduites. Ces deux fonctions, avec le modèle de la permittivité diélectrique à haute fréquence ϵ_{∞} extrait de la littérature, sont utilisées pour obtenir un nouveau modèle pour la permittivité complexe de l'eau pure sur une large bande de fréquences de 0,2 à 50 GHz en fonction de la température comprises entre 0 ° et 60 ° C.

Permittivité diélectrique statique

Comme expliqué précédemment, la permittivité diélectrique statique est l'un des paramètres, dans le modèle de Debye, les plus affectés par les variations de la température. Le Dataset est construit en calculant la valeur moyenne des mesures publiées dans la littérature [7, 10, 13-24] à chaque température (Figure II.23). Cet ensemble de données permet d'adapter une nouvelle fonction d'interpolation de la permittivité diélectrique statique de l'eau pure en fonction de la température donnée par la fonction polynomiale représentée par l'équation (E II.4) :

$$\epsilon_s = 87.793 - 0.392T + 7 \times 10^{-4} T^2 \quad (\text{E II.4})$$

avec T la température en [°C].

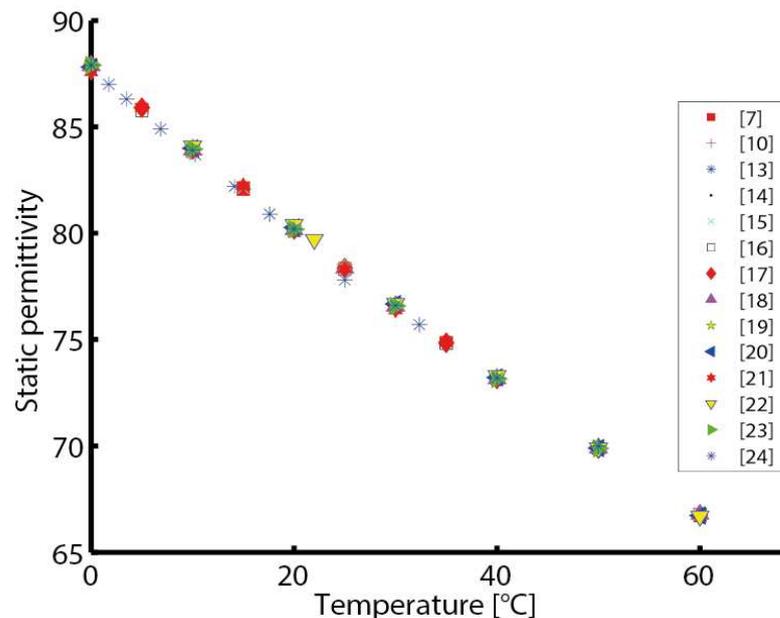


Figure II. 23: Les données expérimentales de permittivité diélectrique statique de l'eau pure entre 0 ° et 60 ° C obtenues à partir de la littérature utilisée pour construire le dataset.

La différence de pourcentage entre le dataset obtenu et les références tirées de la littérature pour construire ce dataset est illustrée dans la Figure II.24. Nous constatons une erreur inférieure à 1%. D'autre part, une comparaison entre les résultats obtenus grâce à cette fonction d'interpolation et ceux obtenus par les fonctions d'interpolation trouvées dans la littérature est donnée dans le tableau II.3.

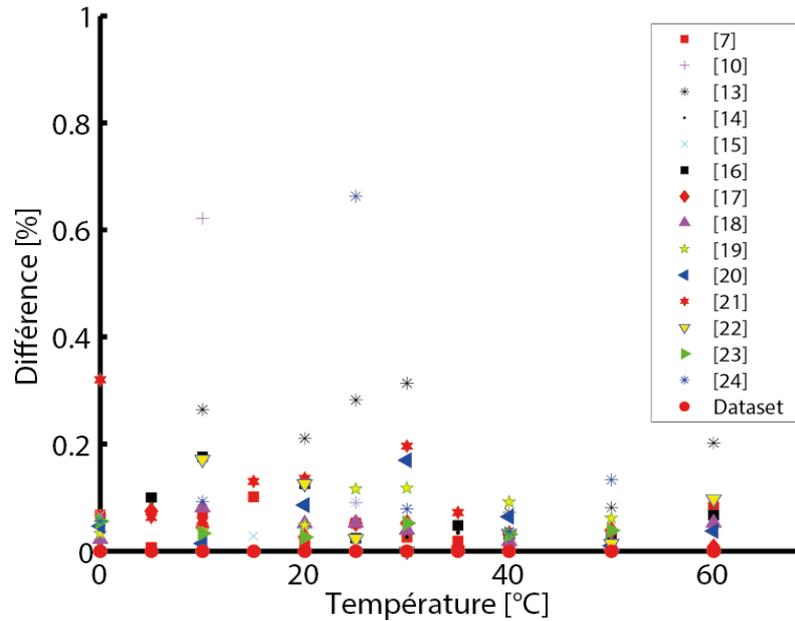


Figure II. 24: Comparaison entre le dataset de la permittivité diélectrique statique de l'eau pure et les références utilisées pour construire ce dataset.

Tableau II. 3: Différence de permittivité diélectrique statique [%] du modèle proposé (fonction d'interpolation) et d'autres modèles compilés de la littérature [7, 10, 14, 48-51], par rapport au dataset construit (ϵ_s).

Température [°C]	Dataset ϵ_s	Interp. Func.	Différence [%]							
			[8]	[9]	[10]	[14]	[7], [48]	[49]	[50]	[51]
60	66.72	0.1	0.15	1.03	0.03	0.1	0.1	0.2	1.48	0.1
50	69.93	0.01	0.01	0.5	0.1	0.1	0.04	0.2	0.79	0.03
40	73.26	0.03	0.1	0.1	0.1	0.12	0.11	0.22	0.2	0.11
35	74.95	0.02	0.1	0.02	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1	0.11
30	76.66	0.003	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1
25	78.42	0.01	0.05	0.2	0.02	0.2	0.04	0.02	0.2	0.1
20	80.26	0.03	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1	0.01	0.4	0.1
10	83.94	0.004	0.02	0.2	0.05	0.15	0.03	0.2	0.44	0.02
5	85.85	0.001	0.1	0.12	0.1	0.11	0.1	0.3	0.43	0.02
0	87.76	0.03	0.2	0.03	0.2	0.03	0.2	0.4	0.36	0.1

Temps de relaxation

Le deuxième paramètre de Debye dépend de la température est le temps de relaxation. A partir des mêmes références utilisées pour construire le dataset, nous avons calculé les

temps de relaxations en utilisant le modèle de Debye standard [7, 10, 13, 22] que nous avons combiné avec d'autres temps de relaxations déduits de la littérature également calculés à partir du modèle de Debye [21, 25, 48-50]. La Figure II.25 illustre cette combinaison en fonction de la température.

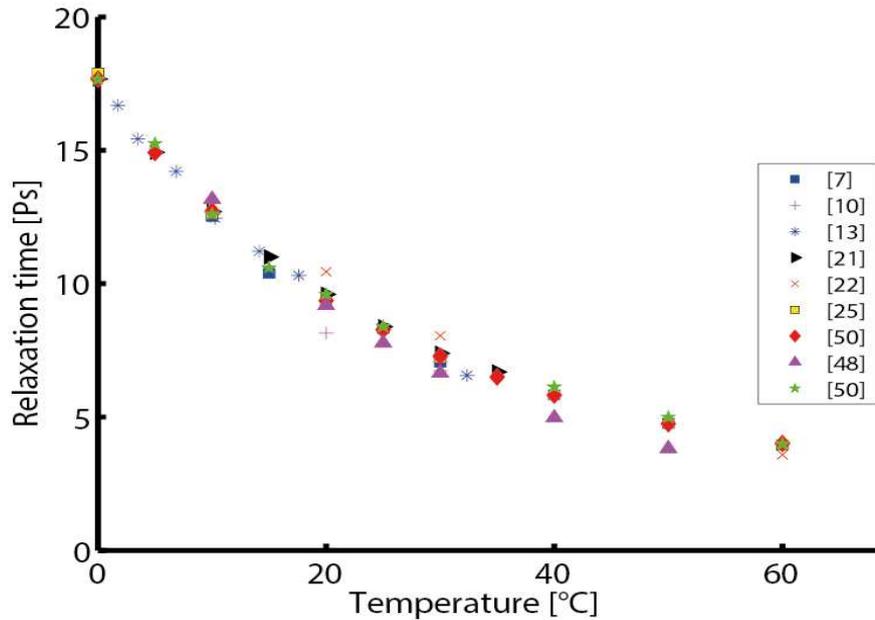


Figure II. 25: Temps de relaxation de l'eau pure à plusieurs températures comprises entre 0 ° et 60 ° C.

En utilisant les valeurs calculées présentées dans la Figure II.25, nous calculons les valeurs moyennes du temps de relaxation (RelaxAvg) à chaque température. Le résultat obtenu est utilisé afin de déduire une nouvelle fonction d'interpolation pour le temps de relaxation en fonction de la température qui varie de 0 ° à 60 °C. Cette fonction peut s'écrire sous la forme d'une fonction exponentielle (cf. équation (E II.5)).

$$\tau = A + B \exp(\alpha T) \quad (\text{E II.5})$$

avec T la température en [°C].

Le meilleur ajustement est obtenu pour $A = 1.61$, $B = 16.02896$ et $\alpha = -0.03601$. L'écart moyen en pourcentage entre les résultats obtenus par la fonction d'interpolation et les valeurs RelaxAvg est de 0,52%. La Figure II.26 présente l'écart en pourcentage entre les valeurs RelaxAvg et les références utilisées pour le calculer. Nous constatons une différence inférieure à 10%, ce qui peut être dû aux erreurs de mesures expérimentales qui dépendent notamment de la précision de la méthode de mesure utilisée.

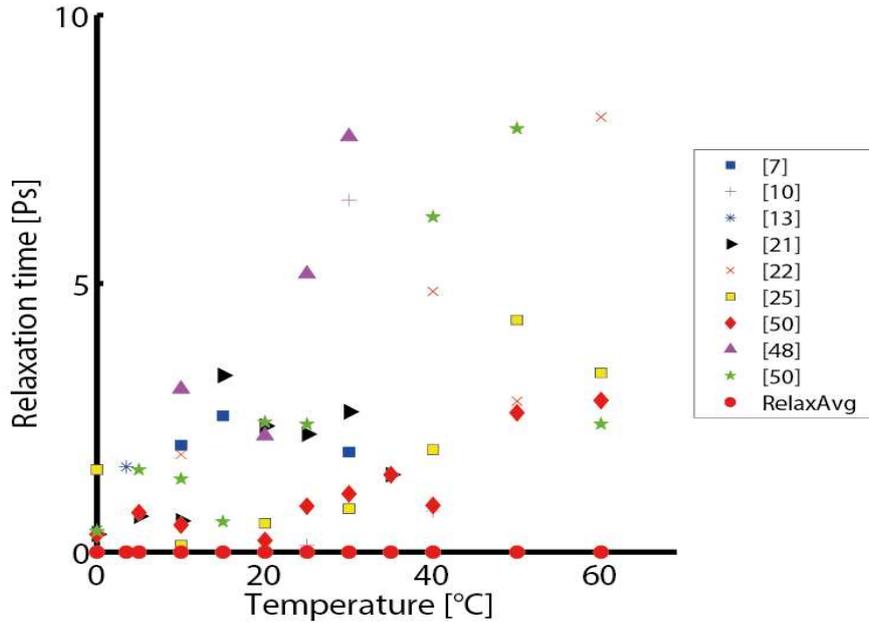


Figure II. 26: Comparaison entre les valeurs de RelaxAvg du temps de relaxation de l'eau pure et diverses références que nous avons déjà utilisées pour calculer le RelaxAvg.

Une comparaison entre notre modèle de temps de relaxation "Interp. Func." et d'autres modèles présentés dans la littérature avec le temps de relaxation expérimental moyen (RelaxAvg) est représentée dans le Tableau II.4. On peut remarquer que l'interpolation proposée ne montre aucune différence significative entre les valeurs à toutes les températures. Les différences de pourcentage moyen des autres modèles sont: Kaatze [7] 4,2%, Ellison [8] 5,92%, Liebe [9] 5,93%, Noyel [49] 7,48%, Hamelin [52] 4,72%, Eyring [53] 3,21% et Nabokov [54] 4,19%.

Tableau II. 4: Différence entre le temps de relaxation [%] du modèle proposé (fonction d'interpolation) et d'autres modèles compilés de la littérature [7-9, 49, 52-54], par rapport au temps de relaxation calculé (τ [Ps]).

Température T[°C]	RelaxAvg τ [Ps]	Différence [%]							
		Interp. Func.	[7]	[8]	[9]	[49]	[52]	[53]	[54]
60	3.5	1.5	12.7	13.8	19.7	14.4	7	3	9.8
50	4.28	0.5	10.3	12.2	15.1	10.8	8.6	5.6	9.6
40	5.42	0.2	6.7	8.8	9.1	8.3	7.7	5.7	7.3
35	6.12	0.6	5.7	7.8	7	6.5	7.4	5.9	6.7
30	7.1	0.7	2.6	4.6	3	6.4	4.7	3.7	3.8
25	8.14	0.2	1.6	3.5	1.3	4.5	3.7	3.2	2.9
20	9.46	0.5	0.1	1.9	0.8	3	1.8	1.7	1.2
10	12.85	0.5	1.2	1.1	1.8	2.4	1.1	0.5	0.4
5	14.97	0.2	0.5	2.3	0.2	7	1.8	0.8	0.02
0	17.7	0.2	0.5	3.3	1.5	11.5	3.3	2.1	0.2

Constante diélectrique aux hautes fréquences ' ϵ_{∞}'

Le dernier paramètre de Debye lié à la température est la permittivité diélectrique infinie ' ϵ_{∞}' . Il s'agit du paramètre dont la dépendance en température est la moins significative. Dans la littérature, il n'existe que très peu de modèles décrivant la relation entre ' ϵ_{∞}' et la température. La plupart des modèles la considèrent comme invariante. Le modèle le plus adéquat pour notre étude permet d'envisager les variations en température de la permittivité infinie pour des températures allant jusqu'à 60 ° C. Il s'agit du modèle de Kaatze [7] dont la formulation est donnée par l'équation (E II.6).

$$\epsilon_{\infty} = 5.77 - 2.71 \times 10^{-2} T \quad (\text{E II.6})$$

avec T la température en [°C].

Dans ce cas, nous ne pouvons pas calculer la précision de ce modèle, car les mesures des permittivités à haute fréquence restent peu fiables.

Nous présentons, dans le Tableau II.5, un échantillon de valeurs expérimentales (permittivité relative diélectrique statique et temps de relaxation τ) et des valeurs calculées (permittivité ϵ_{∞} ; aux fréquences hautes) pour différentes valeurs de température.

Tableau II. 5: Valeurs expérimentales (ϵ_s ; τ [Ps]) et calculées (ϵ_{∞}) des paramètres du modèle de Debye sur la plage de température de 0 ° à 60 ° C.

	Dataset	RelaxAvg	Calculées
T [°C]	ϵ_s	τ [Ps]	ϵ_{∞}
60	66.72	3.5	4.13
50	69.93	4.28	4.4
40	73.26	5.42	4.67
35	74.95	6.12	4.81
30	76.66	7.1	4.95
25	78.42	8.14	5.09
20	80.26	9.46	5.22
10	83.94	12.85	5.5
5	85.85	14.97	5.63
0	87.76	17.7	5.77

b) Résultats et discussion

D'après ces études, nous présentons ci-dessous le modèle de Debye de l'eau pure fonction de la température que nous avons élaboré. La fonction de Debye et ses paramètres sont donc données par les équations (E II.7).

$$\varepsilon(\omega, T) = \frac{\varepsilon_s(T) - \varepsilon_\infty(T)}{1 + i\omega\tau(T)} + \varepsilon_\infty(T) \quad (\text{E II.7})$$

avec :

$$\begin{cases} \varepsilon_s(T [^\circ\text{C}]) = 87.793 - 0.392T + 7 \times 10^{-4} T^2 \\ \tau(T [^\circ\text{C}]) = 1.61 + 16.02896 \exp(-0.03601T) \\ \varepsilon_\infty(T [^\circ\text{C}]) = 5.77 - 2.71 \times 10^{-2} T \end{cases}$$

Validation du nouveau modèle en comparant avec le dataset de la permittivité complexe

Pour valider ces nouvelles fonctions d'interpolation de la permittivité diélectrique complexe, nous avons effectué une comparaison entre les fonctions d'interpolation et les données expérimentales trouvées dans la littérature. Ces comparaisons sont faites pour les températures de 0 °, 5 °, 20 °, 25 °, 30 °, 35 °, 40 °, 50 ° et 60 ° C afin d'assurer la fiabilité du modèle et de ses fonctions d'interpolation sur une large bande de fréquence et sur une grande plage de température. Ces comparaisons sont représentées sur les graphes des Figures II.27 à II.35.

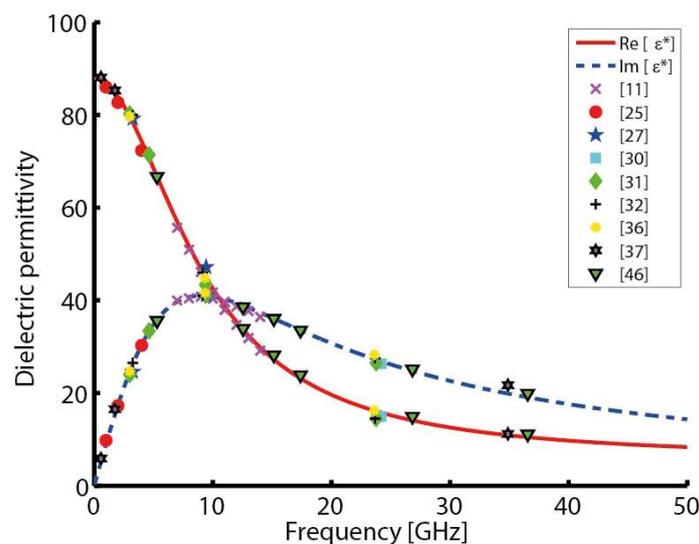


Figure II. 27: Permittivité diélectrique à 0 °C: Modèle $\{\varepsilon'$ (ligne continue), ε'' (ligne brisée)} et le dataset [11, 25, 27, 30-32, 36, 37, 46] (symboles).

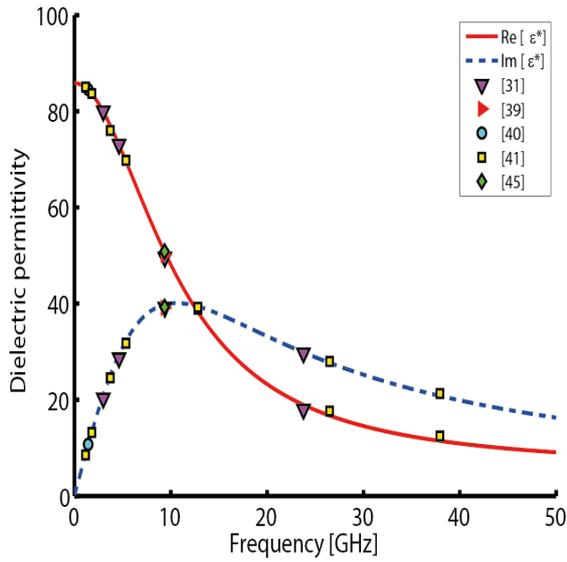


Figure II. 28: Permittivité diélectrique à 5 °C: Modèle $\{\epsilon'$ (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [31, 39, 40, 41, 45] (symboles).

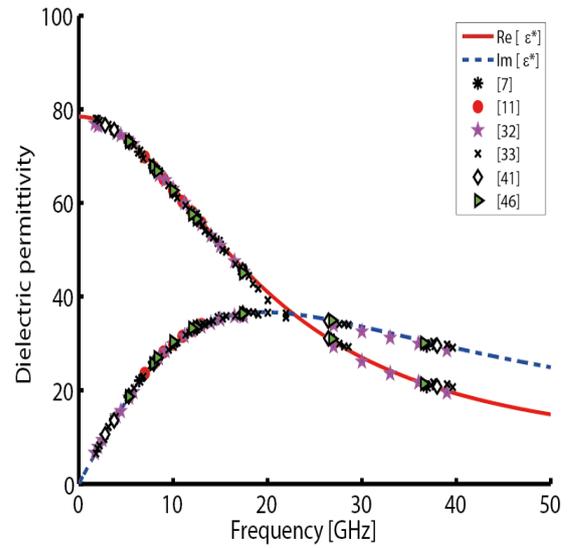


Figure II. 30: Permittivité diélectrique à 25 °C: Modèle $\{\epsilon'$ (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [7, 11, 32, 33, 41, 46] (symboles).

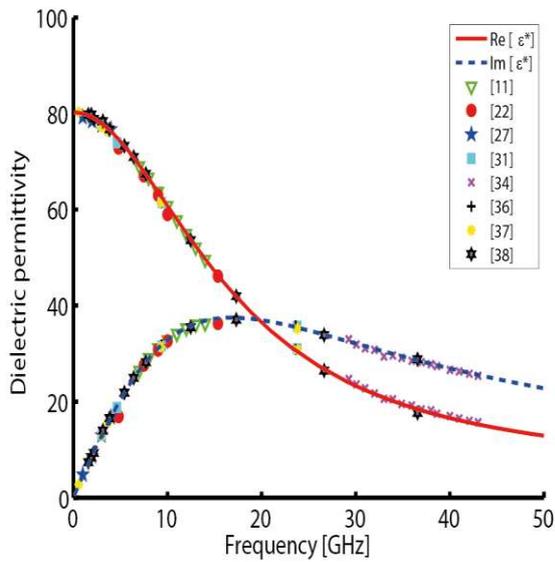


Figure II. 29: Permittivité diélectrique à 20 °C: Modèle $\{\epsilon'$ (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [11, 22, 27, 31, 34, 36, 37, 38] (symboles).

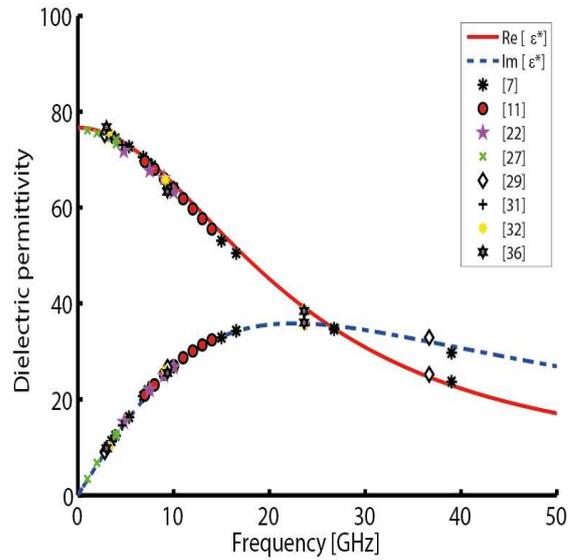


Figure II. 31: Permittivité diélectrique à 30 °C: Modèle $\{\epsilon'$ (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [7, 11, 22, 27, 29, 31, 32, 36] (symboles).

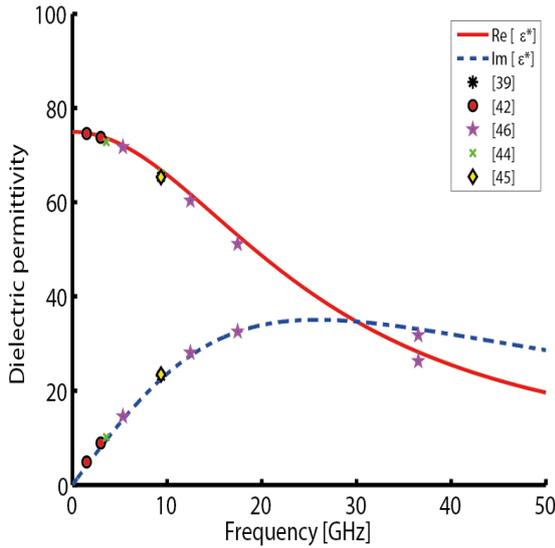


Figure II. 32: Permittivité diélectrique à 35 °C: Modèle $\{\epsilon'$ (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [39, 42-45] (symboles).

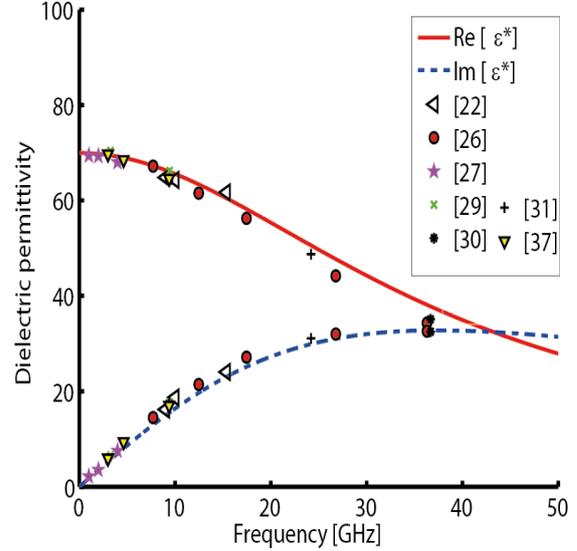


Figure II. 34: Permittivité diélectrique à 50 °C: Modèle $\{\epsilon'$ (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [22, 26, 27, 29-31, 37] (symboles).

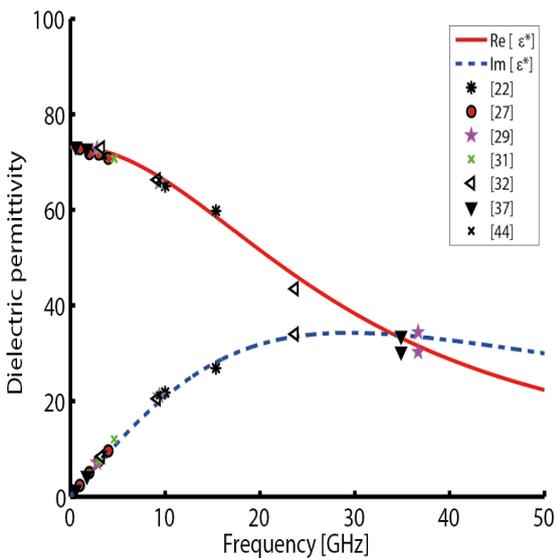


Figure II. 33: Permittivité diélectrique à 40 °C: Modèle $\{\epsilon'$ (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [22, 27, 29, 31, 32, 37, 44] (symboles).

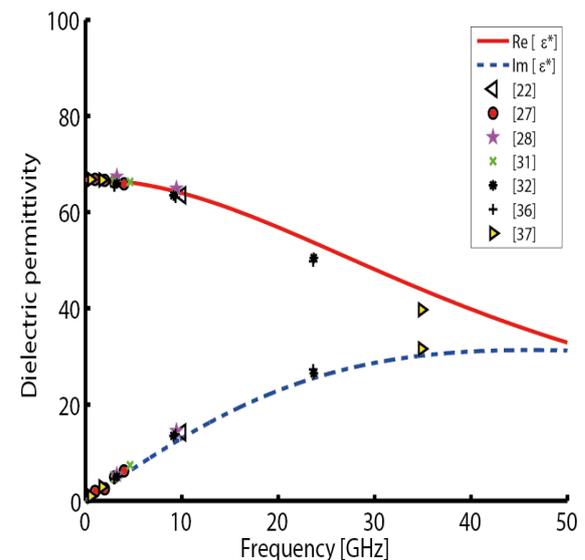


Figure II. 35: Permittivité diélectrique à 60 °C: Modèle $\{\epsilon'$ (ligne continue), ϵ'' (ligne brisée)} et le dataset [22, 27, 28, 31, 32, 36, 37] (symboles).

Pour des températures supérieures à 40° C, les données expérimentales ne sont pas suffisantes, donc il n'est pas possible de connaître la précision de notre modèle pour les hautes températures. Les seules valeurs trouvées sont obtenues pour des températures de 50° et 60° C (Figure II.34 et II.35). Le Tableau II.6 compare les données expérimentales de la littérature par rapport aux valeurs calculées en utilisant notre modèle à 50° et 60° C à certaines fréquences comprises entre 200 MHz et 50 GHz.

Tableau II. 6 : Permittivités diélectriques calculées par rapport aux données expérimentales de la littérature.

Author	T	ϑ	Re(ϵ)	Re(ϵ)	Im(ϵ)	Im(ϵ)
	[°C]	[GHz]	Calculées	Mesurées	Calculées	Mesurées
Cook ³¹	50	3.00	69.46	69.70	5.33	5.95
Cook ³¹	50	9.39	65.86	64.60	15.76	17.00
Saxton ³⁰	50	24.19	50.00	48.75	30.12	31.10
Giese ²⁶	50	7.71	67.12	67.17	13.20	14.49
Giese ²⁶	50	12.47	63.09	61.52	19.99	21.41
Giese ²⁶	50	17.46	57.77	56.25	25.45	27.15
Giese ²⁶	50	26.78	47.08	44.18	31.21	31.97
Chekalin ²⁹	50	36.68	37.10	35.10	32.75	32.50
Sheppard ²⁷	50	2.00	69.70	69.30	3.57	3.54
Sheppard ²⁷	50	4.00	69.13	68.00	7.07	7.54
Volf ²²	50	9.00	66.17	64.80	15.18	16.20
Volf ²²	50	15,35	60,11	61,69	23,35	24,04
Collie ³⁶	60	3,00	66,46	65,37	4,15	4,55
Cook ³¹	60	3,00	66,46	66,40	4,15	4,60
Hasted ³²	60	3,25	66,41	66,00	4,50	5,00
Hasted ³²	60	9,14	64,26	63,50	12,20	13,50
Hasted ³²	60	23,68	53,20	50,50	25,78	26,50
Grant ³⁷	60	0,58	66,73	66,80	0,80	0,96
Grant ³⁷	60	1,74	66,64	66,70	2,42	2,90
Grant ³⁷	60	34,88	43,29	39,70	30,30	31,60
Sheppard ²⁷	60	2,00	66,61	66,60	2,77	2,49
Sheppard ²⁷	60	4,00	66,25	65,90	5,51	6,21
Volf ²²	60	10,00	63,80	63,50	13,24	14,20

Le Tableau II.6 montre qu'il n'y a pas de différence significative entre les valeurs. Les résultats pour ϵ' présentent une bonne correspondance, la différence de pourcentage moyenne étant inférieure à 2%. Bien que plus importante, la différence de pourcentage moyenne pour ϵ'' reste inférieure à 8%. Ceci est dû au fait que ϵ'' est plus sensible à la température que ϵ' [8].

Selon le Tableau II.6, aucune différence significative entre les valeurs pour toutes les fréquences considérées ne peut être soulignée. Cela confirme la fiabilité du modèle de relaxation de Debye unique à ces températures. Afin de s'assurer que les nouvelles fonctions d'interpolation sont valides sur une large bande de fréquences, nous allons les comparer avec de nouvelles données expérimentales pour des températures allant jusqu'à 45° C. (Voir Figures II.36-II.42).

Validation du nouveau modèle en comparant avec de nouvelles données expérimentales de la permittivité diélectrique complexe

Afin de valider le modèle proposé sur une large bande de fréquence, nous allons le comparer avec nos mesures allant de 200 MHz à 50 GHz avec un pas de 45MHz. Les résultats de ces comparaisons sont représentés sur les graphes des Figures II.36-II.42.

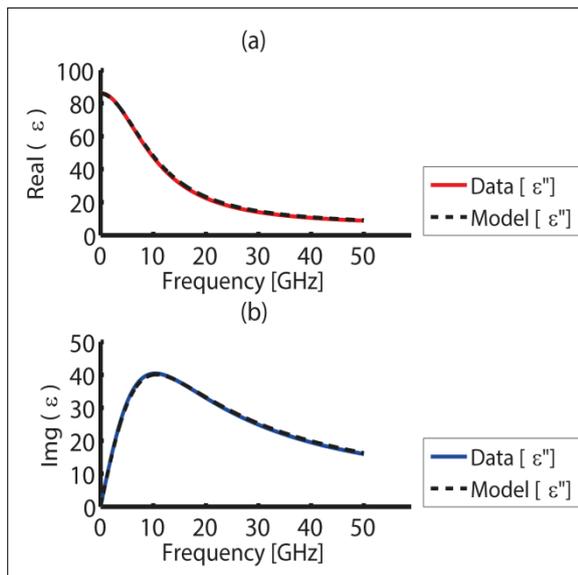


Figure II. 36: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 5°C.

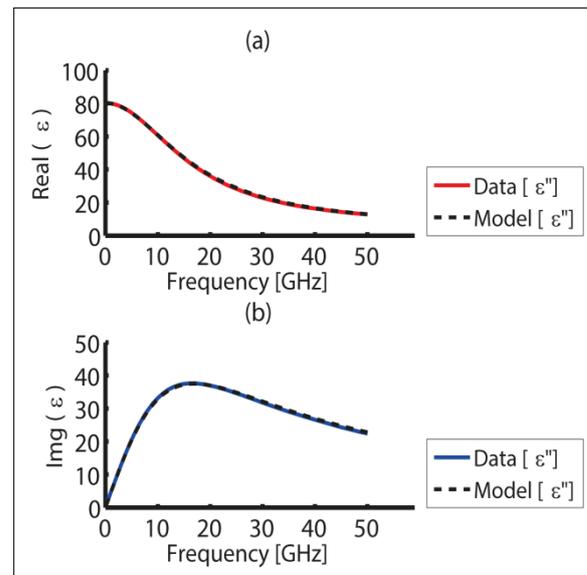


Figure II. 37: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 20°C.

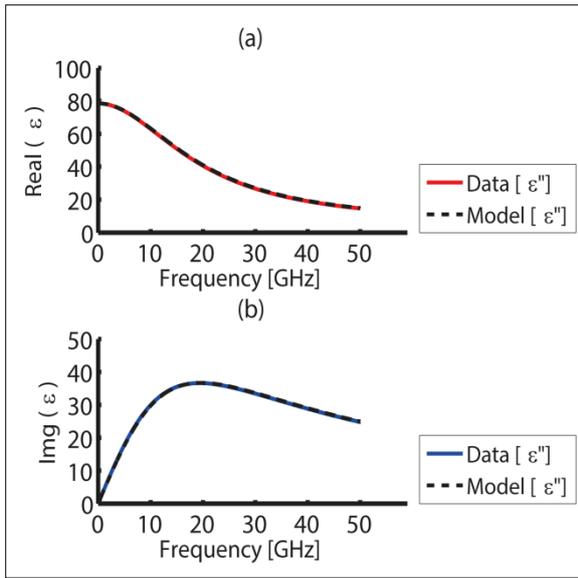


Figure II. 38: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 25°C.

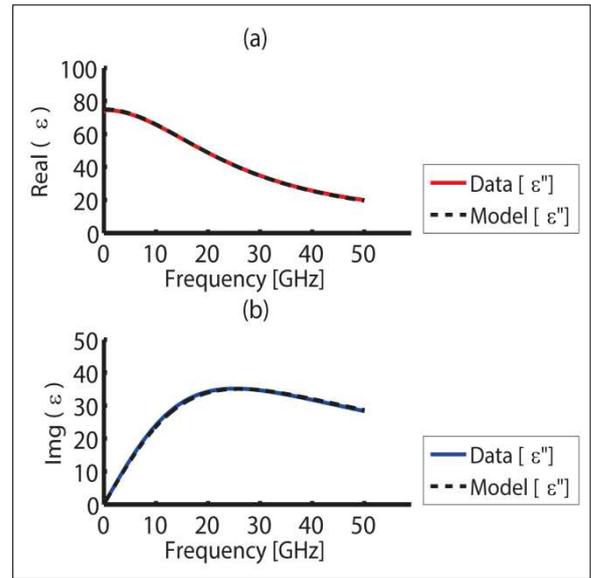


Figure II. 40: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 35°C.

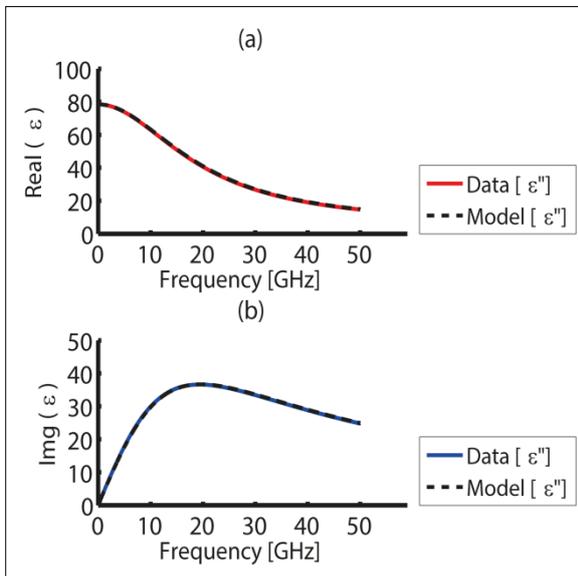


Figure II. 39: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 30°C.

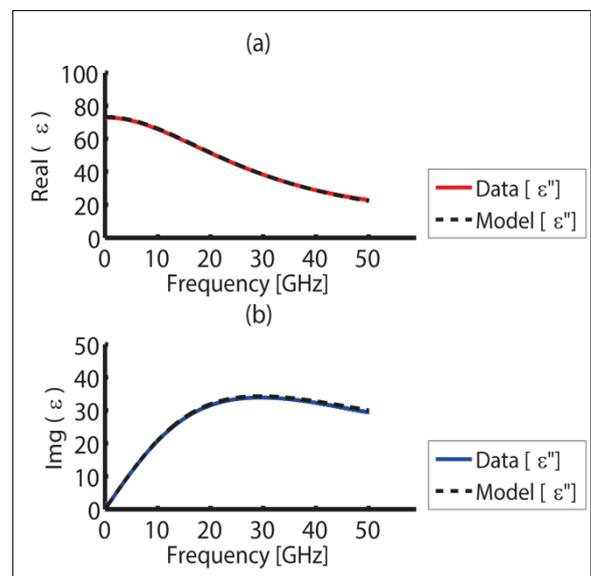


Figure II. 41: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 40°C.

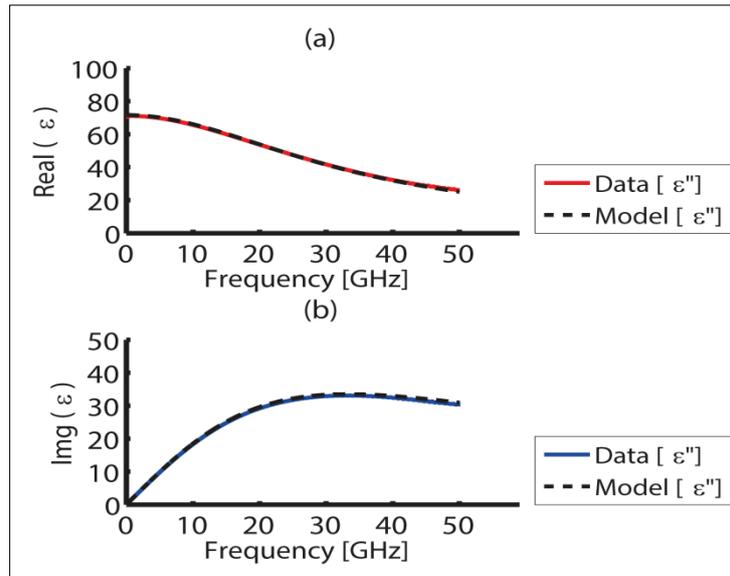


Figure II. 42: Permittivité diélectrique [(a) partie réelle ϵ' , (b) partie imaginaire ϵ'']: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à 45°C.

c) Conclusion

Les valeurs calculées coïncident avec les valeurs mesurées pour toutes les températures jusqu'à 45 ° C et pour des fréquences allant jusqu'à 50 GHz. L'écart entre ces valeurs augmente lorsque la température augmente, mais il ne dépasse pas 5% pour toutes les températures. Nous obtenons néanmoins une précision inférieure à 1% dans certaines bandes de fréquences. Pour les températures supérieures à 45 ° C, les données expérimentales ne sont pas suffisantes. Nous ne pouvons par conséquent pas connaître la précision de notre modèle aux températures élevées. Les seules valeurs que nous avons trouvées sont obtenues à des températures de 50° et 60° C.

2.3.2. Modèle de la permittivité diélectrique du glucose.

a) Construction de Dataset

Contrairement à la permittivité diélectrique de l'eau, nous n'avons pas trouvé de données expérimentales dans la littérature portant sur les permittivités d'une solution aqueuse de glucose et leurs variations en fonction de la concentration et de la température. Pour avoir un modèle dans le cas de la solution de glucose, nous sommes obligé d'utiliser nos mesures pour déterminer toutes les équations exprimant les paramètres du nouveau modèle.

Ainsi, à partir des mesures présentées dans la partie précédente, nous avons construit un ensemble de données contenant les résultats des mesures expérimentales pour la permittivité diélectrique statique $\epsilon_s(T, C)$, le temps de relaxation $\tau(T, C)$ et la permittivité

diélectrique (partie réelle et imaginaire) du glucose sur une large bande de fréquences comprise entre 200 MHz et 50GHz et pour des températures entre 20° et 45°C. La Figure II.34 montre la distribution fréquentielle des valeurs obtenues par les mesures effectuées dans notre laboratoire pour déterminer la variation de la permittivité diélectrique du glucose en fonction de la température et de la concentration de la solution aqueuse.

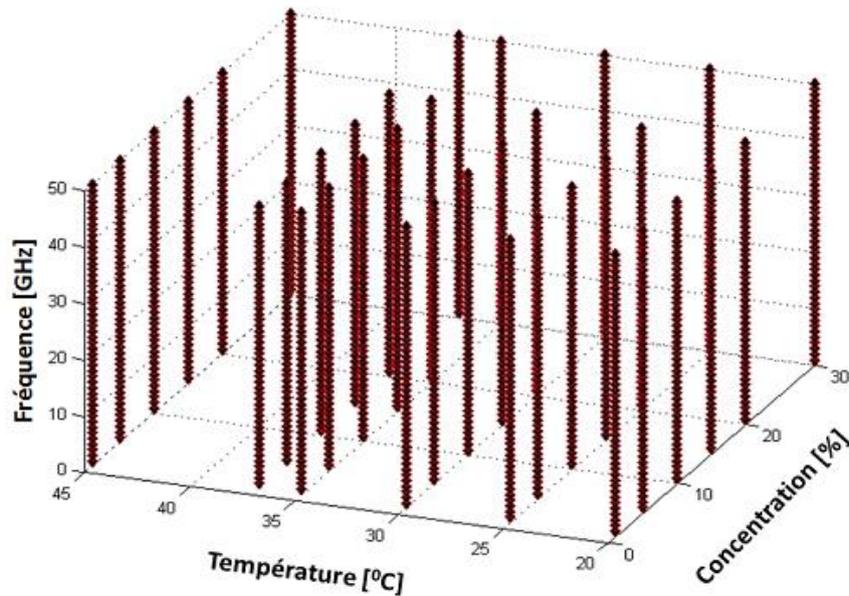


Figure II. 43: Distribution des nouvelles mesures expérimentales de la permittivité diélectrique du glucose en fonction de la fréquence, de la concentration et de la température.

Comme énoncé précédemment, le modèle de Debye est utilisé pour un liquide qui correspond à un seul terme de relaxation comme dans le cas de l'eau pure. Après l'ajout d'un soluté dans l'eau, plusieurs termes de relaxation sont mis en jeu. Il existe plusieurs modèles disponibles et qui pourrait être la base de notre modèle à élaborer pour la solution aqueuse de glucose : Cole-Cole, Davidson-Cole et Havriliak-Negami.

Pour simplifier le problème, nous avons utilisé le modèle 'Cole-Cole', le plus simple parmi ces modèles à plusieurs termes de relaxation. Ensuite, et à partir du dataset construit, nous avons trouvé les différents paramètres du modèle ainsi défini.

Afin d'avoir une référence fiable pour toutes les concentrations des solutions aqueuses de glucose, nous avons choisi le modèle de l'eau désionisée, déjà validé avec la littérature et pour lequel la concentration serait ainsi égale à zéro. Nous présentons dans les équations (E II.8) - (E II.10), le modèle générale de Cole-Cole, avec ses deux parties réelle et imaginaire [55] :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)}{1 + (i\omega\tau_0)^{1-\alpha}} \quad (\text{E II.8})$$

avec:

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_\infty + (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \frac{1 + (\omega\tau_0)^{1-\alpha} \sin \frac{1}{2} \alpha \pi}{1 + 2(\omega\tau_0)^{1-\alpha} \sin \frac{1}{2} \alpha \pi + (\omega\tau_0)^{2(1-\alpha)}} \quad (\text{E II.9})$$

$$\varepsilon''(\omega) = (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \frac{(\omega\tau_0)^{1-\alpha} \cos \frac{1}{2} \alpha \pi}{1 + 2(\omega\tau_0)^{1-\alpha} \sin \frac{1}{2} \alpha \pi + (\omega\tau_0)^{2(1-\alpha)}} \quad (\text{E II.10})$$

L'objectif de cette partie est de trouver les équations des paramètres de Cole-Cole qui dépendent de la concentration de la solution aqueuse de glucose et de la température du milieu.

Permittivité diélectrique statique

La permittivité diélectrique statique est l'un des paramètres dans le modèle Cole-Cole le plus affecté par les variations de la température et de la concentration de la solution aqueuse de glucose. A partir du Dataset construit, Nous avons trouvé les permittivités statiques à chaque température et à chaque concentration (Figure II.44). Cet ensemble de données permet d'adapter une nouvelle fonction d'interpolation de la permittivité diélectrique statique de la solution aqueuse du glucose en fonction de la température et de la concentration (cf. équation (E II.11)).

$$\varepsilon_s(C, T) = \varepsilon_s(C = 0, T)_{H_2O} + \Delta\varepsilon_s(C, T)_{H_2O+C_6H_{12}O_6} \quad (\text{E II.11})$$

avec

$$\Delta\varepsilon_s(C, T)_{H_2O+C_6H_{12}O_6} = (-0.185T + 10.67) * \left(\frac{C}{1513.851} \right) \quad (\text{E II.12})$$

où C est la concentration du glucose en [mmol/l] et T est la température en [°C].

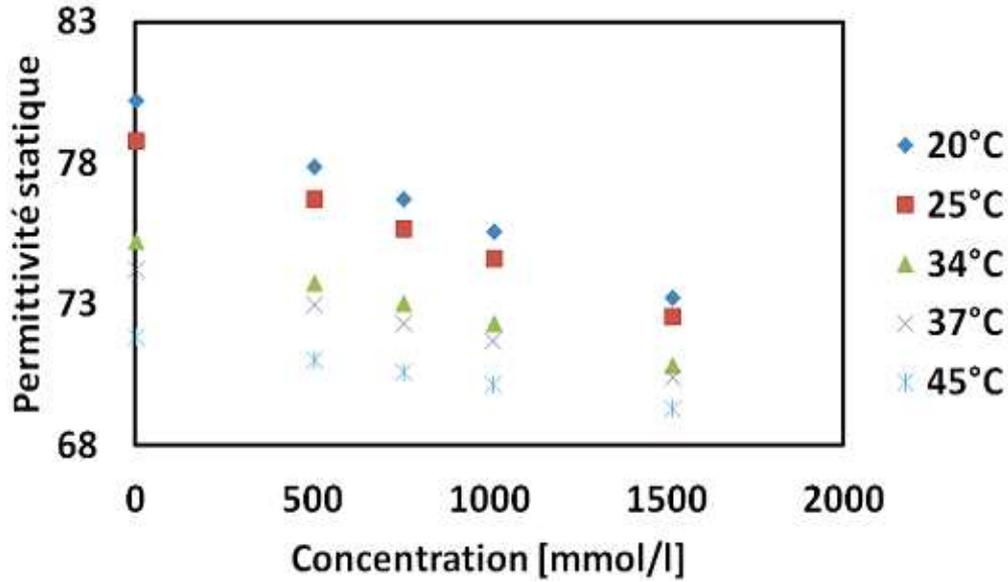


Figure II. 44: Permittivité diélectrique statique du glucose en fonction de sa concentration et de la température.

Temps de relaxation

Le deuxième paramètre de Cole-Cole dépendant de la température et de la concentration est le temps de relaxation. A partir des mêmes données expérimentales utilisées pour construire le dataset, nous avons calculé les temps de relaxations à chaque température et à chaque concentration (cf. équation (E II.13)). La Figure II.45 illustre la distribution du temps de relaxation en fonction de la température et de la concentration.

$$\tau(C, T) = \tau(C = 0, T)_{H_2O} + \Delta\tau(C, T)_{H_2O+C_6H_{12}O_6} \quad (\text{E II.13})$$

avec

$$\Delta\tau(C, T)_{H_2O+C_6H_{12}O_6} = 2.76 * \left(\frac{C}{1513.85} \right) \quad (\text{E II.14})$$

et

$$\tau(T) = A + B \cdot \exp(\alpha \cdot T) + \Delta\tau(C, T)_{H_2O+C_6H_{12}O_6}$$

$$A = 1.60982; B = 16.02932; \alpha = -0.0356$$

où T est la température en [°C] et C est la concentration en [mmol/l].

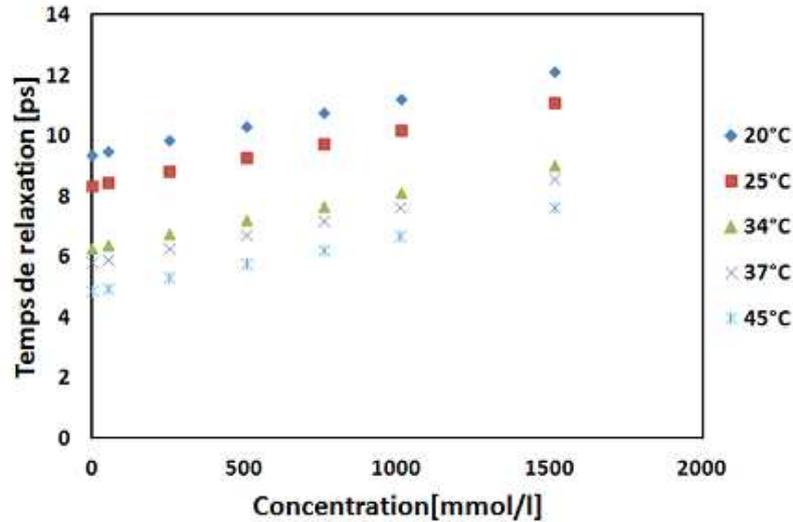


Figure II. 45: Temps de relaxation du glucose en fonction de sa concentration et de la température.

Constante diélectrique aux hautes fréquences ' ϵ_{∞}'

Le troisième paramètre de Cole-Cole lié à la température et à la concentration est la permittivité diélectrique infinie ' ϵ_{∞}' . Il s'agit du paramètre le moins dépendant de la température et de la concentration. La modification faite à la fonction d'interpolation ' ϵ_{∞}' de l'eau désionisée est présentée dans l'équation (E II.15) :

$$\epsilon_{\infty}(T) = \epsilon_{\infty}(C = 0, T)_{H_2O} + \Delta\epsilon_{\infty}(C, T)_{H_2O+C_6H_{12}O_6} \quad (\text{E II.15})$$

avec

$$\epsilon_{\infty}(T) = 5,77 - 2,71 \cdot 10^{-2} T + \frac{(0,25C)}{1513,85}$$

où T est la température en [°C] et C est la concentration en [mmol/l].

Enfin, le dernier paramètre de Cole-Cole dépendant que de la concentration de la solution aqueuse du glucose est le paramètre alfa α . D'après l'optimisation faite sur ce paramètre nous avons obtenu une fonction d'interpolation linéaire en fonction de la concentration du glucose (cf. équation (E II.16)).

$$\alpha = 7 \times 10^{-5} C + 0,006 \quad (\text{E II.16})$$

avec C est la concentration en [mmol/l].

Comme énoncé au début de cette section, contrairement au modèle de l'eau désionisée, nous ne pouvons pas trouver les précisions de ces fonctions d'interpolations, car aucune mesure ni fonction n'est disponible dans la littérature pour des modèles de permittivités dans

le cas d'une solution aqueuse de glucose. Dans ce cas, nous allons comparer le modèle final proposé à nos mesures de permittivité diélectrique complexe.

b) Validation du nouveau modèle en comparant avec de nouvelles données expérimentales de la permittivité diélectrique complexe

Afin de valider le modèle proposé sur une large bande de fréquence, nous allons le comparer avec nos mesures allant de 200 MHz à 35 GHz avec un pas de 45 MHz, et pour différentes concentration du glucose allant de 1% à 30%. Ces comparaisons sont représentées par les graphes des Figures II.46 à II.61.

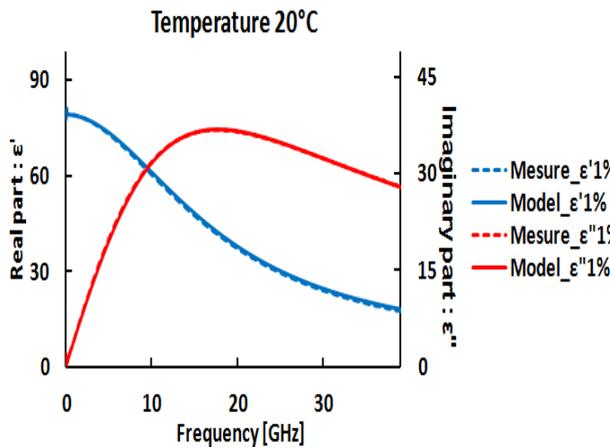


Figure II. 46: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=20^{\circ}\text{C}$, $C=1\%$.

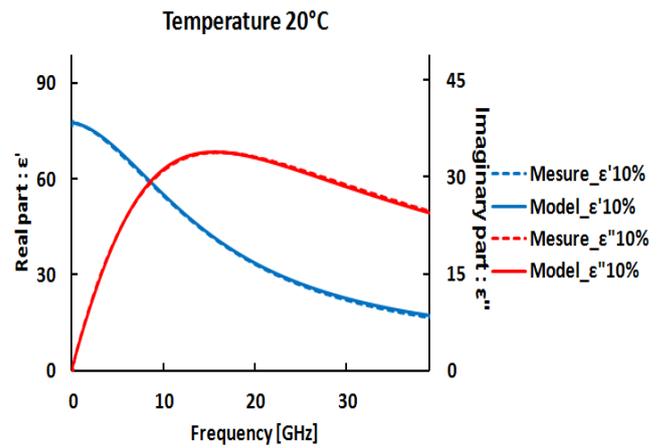


Figure II. 48: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=20^{\circ}\text{C}$, $C=10\%$.

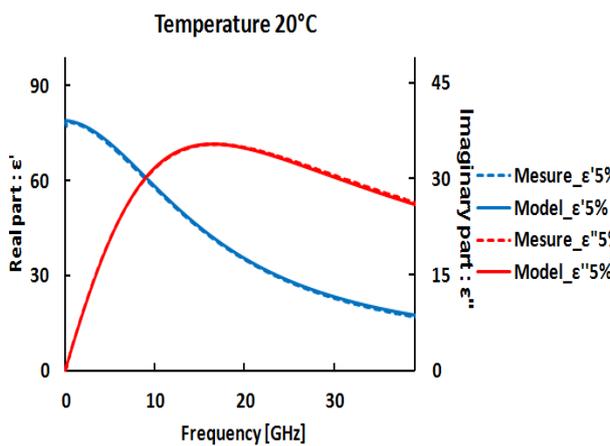


Figure II. 47: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=20^{\circ}\text{C}$, $C=5\%$.

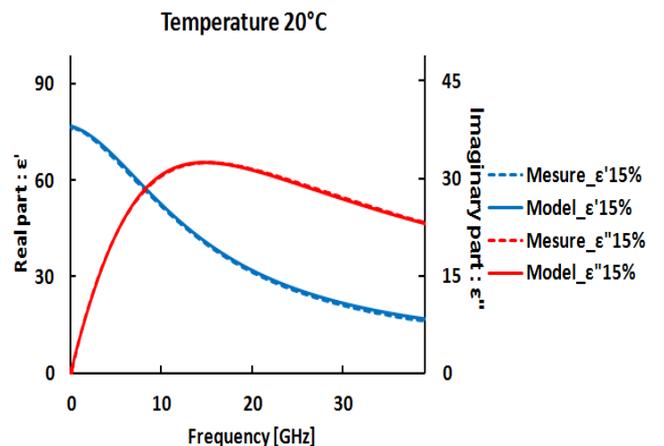


Figure II. 49: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=20^{\circ}\text{C}$, $C=15\%$.

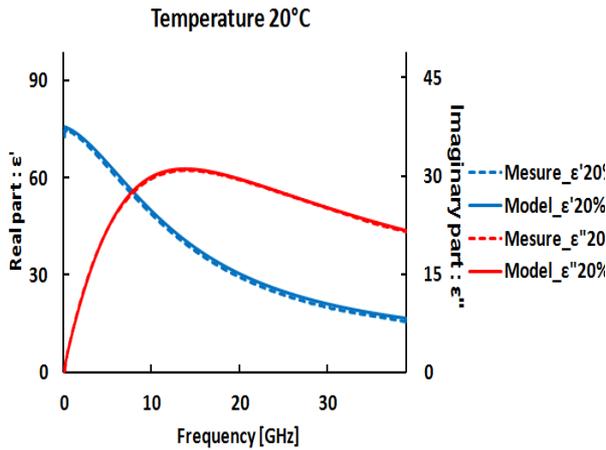


Figure II. 50: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=20^{\circ}\text{C}$, $C=20\%$.

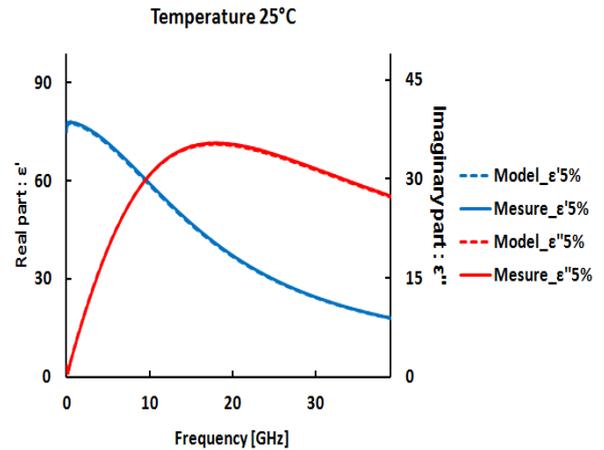


Figure II. 53: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=25^{\circ}\text{C}$, $C=5\%$.

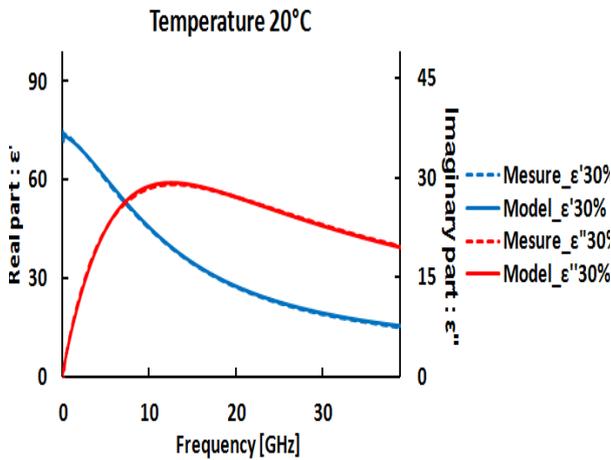


Figure II. 51: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=20^{\circ}\text{C}$, $C=30\%$.

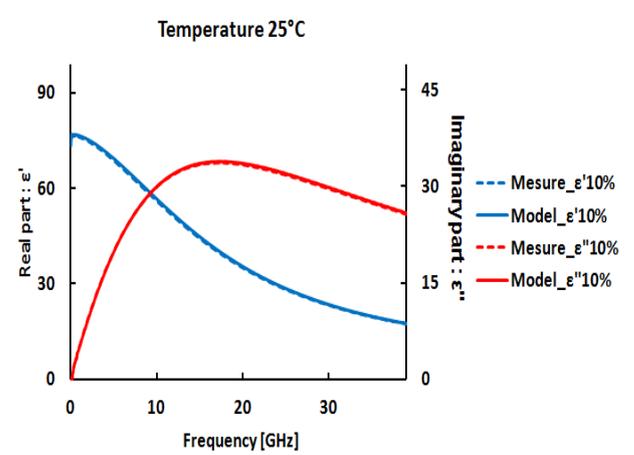


Figure II. 54: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=25^{\circ}\text{C}$, $C=10\%$.

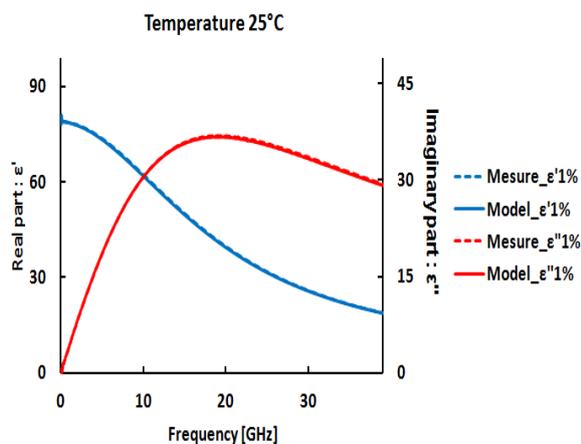


Figure II. 52: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=25^{\circ}\text{C}$, $C=1\%$.

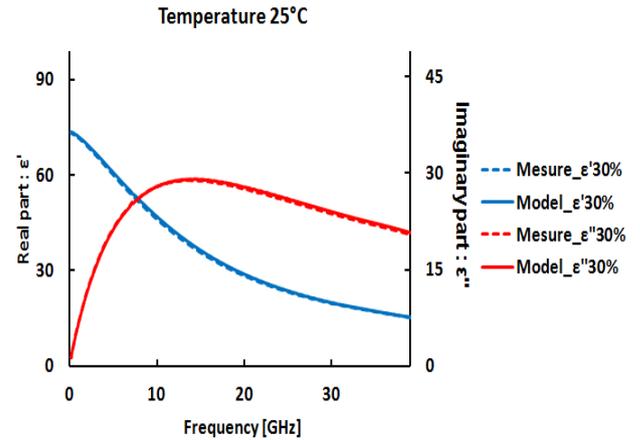


Figure II. 55: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]: données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=25^{\circ}\text{C}$, $C=30\%$.

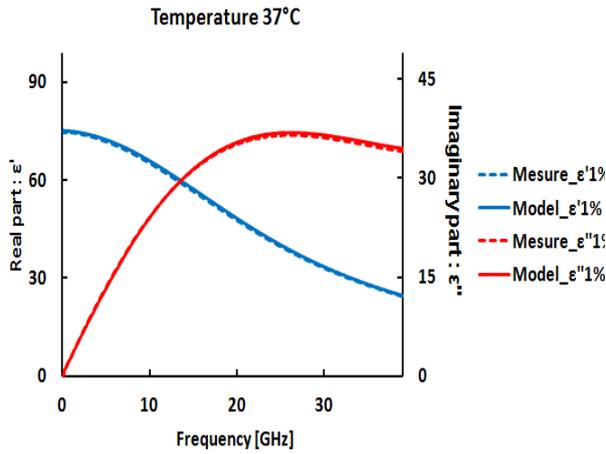


Figure II. 56: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]; données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=37^{\circ}\text{C}$, $C=1\%$.

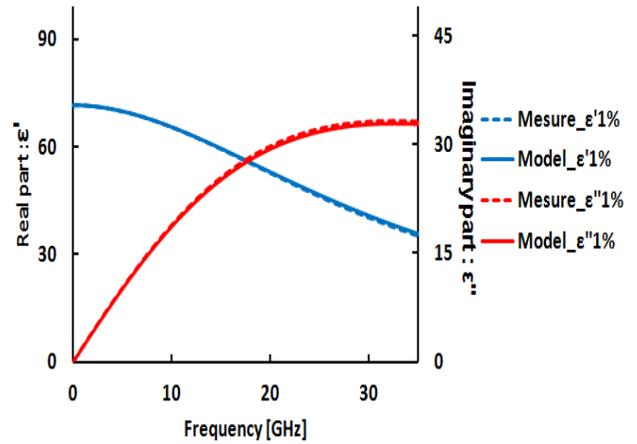


Figure II. 59: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]; données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=45^{\circ}\text{C}$, $C=1\%$.

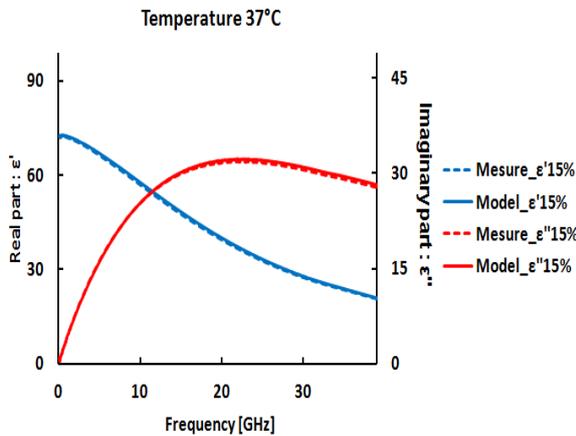


Figure II. 57: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]; données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=37^{\circ}\text{C}$, $C=15\%$.

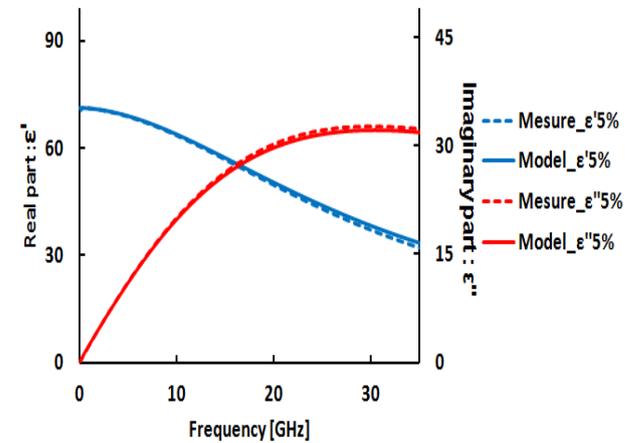


Figure II. 60: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]; données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=45^{\circ}\text{C}$, $C=5\%$.

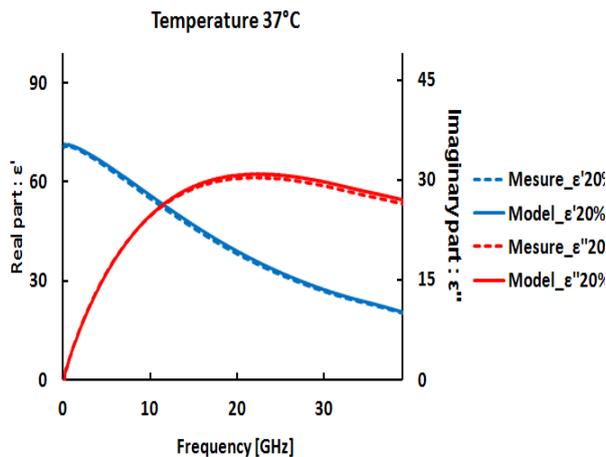


Figure II. 58: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]; données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=37^{\circ}\text{C}$, $C=20\%$.

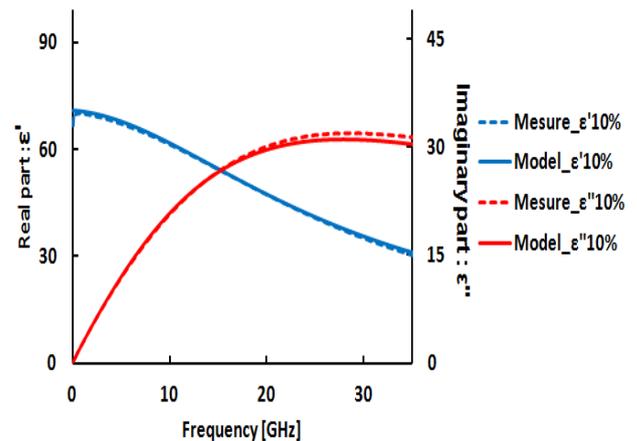


Figure II. 61: Permittivité diélectrique [partie réelle ϵ' (gauche), partie imaginaire ϵ'' (droite)]; données expérimentales (ligne continue), modèle (ligne brisée) à $T=45^{\circ}\text{C}$, $C=10\%$.

c) Conclusion

Nous remarquons que les valeurs calculées par le modèle du glucose proposé coïncident avec les valeurs mesurées pour toutes les températures jusqu'à 45° C et pour des fréquences allant jusqu'à 35 GHz. L'écart entre elles augmente lorsque la température et la concentration augmentent. Ceci est dû à la présence des bulles d'air dans la solution mesurée à haute température et surtout à haute fréquence, ce qui perturbe les réponses électromagnétiques du liquide étudié. Ainsi, la précision de la mesure diminue aux hautes températures cela va de même pour l'écart entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées.

D'après les modélisations des propriétés diélectriques des solutions étudiées (l'eau désionisée et la solution aqueuse de glucose), nous continuons à étudier les autres paramètres qui donnent une image (réponse) sur la nature des matériaux étudiés. Rappelons qu'il existe une relation entre la relaxation du liquide et sa viscosité (d'après l'équation d'Einstein). Il est par conséquent nécessaire d'étudier l'effet de la viscosité sur le liquide en fonction de sa concentration et en fonction de la température.

2.3.3. Modèle de la viscosité de glucose

Les valeurs expérimentales sont utilisées pour obtenir un nouveau modèle permettant la prédiction de la valeur de la viscosité du glucose en fonction de la température et de la concentration. Le modèle est donné par l'équation (E II.17).

$$\eta(C, T) = \frac{1}{\exp(6.9076 + 0.48C)} * \left[1.625 * \exp\left(\frac{250 * C + 1882}{T}\right) \right] \quad (\text{E II.17})$$

Où, η est la viscosité du glucose, 'C' est la molarité du soluté en mol/L; 'T' est la température en [K].

a) Validation du modèle

Nous présentons dans le Tableau II.7 ainsi que sur la Figure II.62, les valeurs mesurées et les valeurs obtenues par le modèle trouvé.

Tableau II. 7: Viscosité du glucose: Comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées par le modèle.

Glucose [%]	T° [K]	Viscosité (Mes.)	Viscosité (Calc.)	Erreur (%)
10	293.85	1.185	1.197	0.95
15	310.15	0.908	0.907	0.14
20	294.15	1.45	1.43	1.75
30	318.85	0.985	0.951	3.4

L'écart en pourcentage entre les données expérimentales et les données calculées ne dépasse pas les 2.5 % à toutes les températures et pour les différentes concentrations.

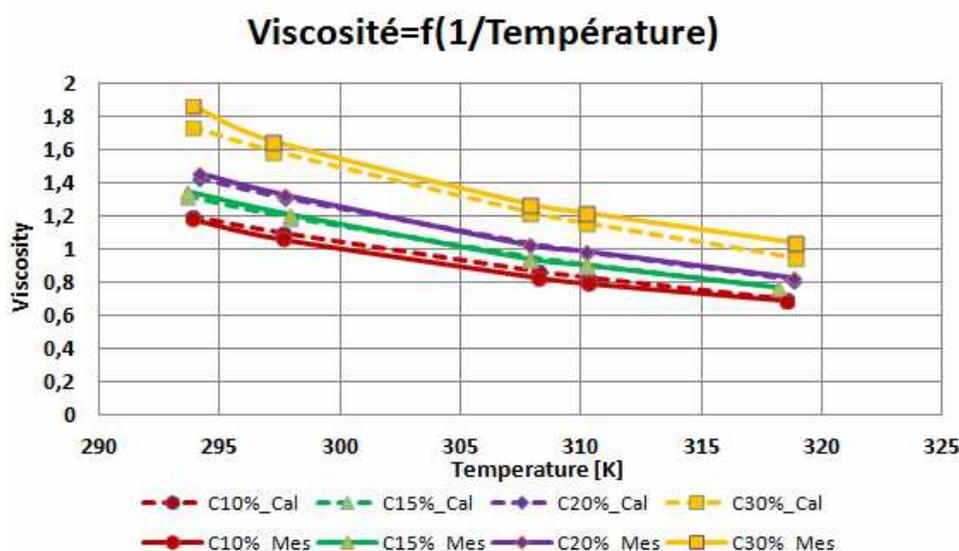


Figure II. 62: Comparaison entre les données expérimentales de la viscosité du glucose et le modèle proposé en fonction de la température et de la concentration de la solution aqueuse du glucose.

b) Conclusion

Dans cette partie, nous avons utilisé nos données expérimentales pour développer un modèle représentant la viscosité des solutions aqueuses de glucose en fonction de la température et de la concentration. Nous remarquons que les valeurs calculées par le modèle de la viscosité proposé coïncident avec les valeurs mesurées pour toutes les températures jusqu'à 45 ° C, où l'écart en pourcentage ne dépasse pas les 2.5 % à toutes les températures et pour les différentes concentrations.

2.3.4. Modèle de la viscosité de l'eau

Afin d'obtenir un modèle précis de l'eau en fonction de la température, nous avons utilisé le modèle de la viscosité du glucose, mais avec une concentration égale à zéro. Ce modèle est présenté par l'équation (E II.18).

$$\eta_{Model}(T) = 0.304922 + 24975 \cdot \exp\left(-\frac{T}{27.9711}\right) \quad (E II.18)$$

Où, η est la viscosité du glucose et 'T' est la température en [K].

a) Validation du modèle

Le modèle de l'eau proposé est comparé aux données expérimentales de la viscosité de l'eau trouvées dans la littérature (viscopedia) [56], en fonction de la température allant de 5° à 60°C.

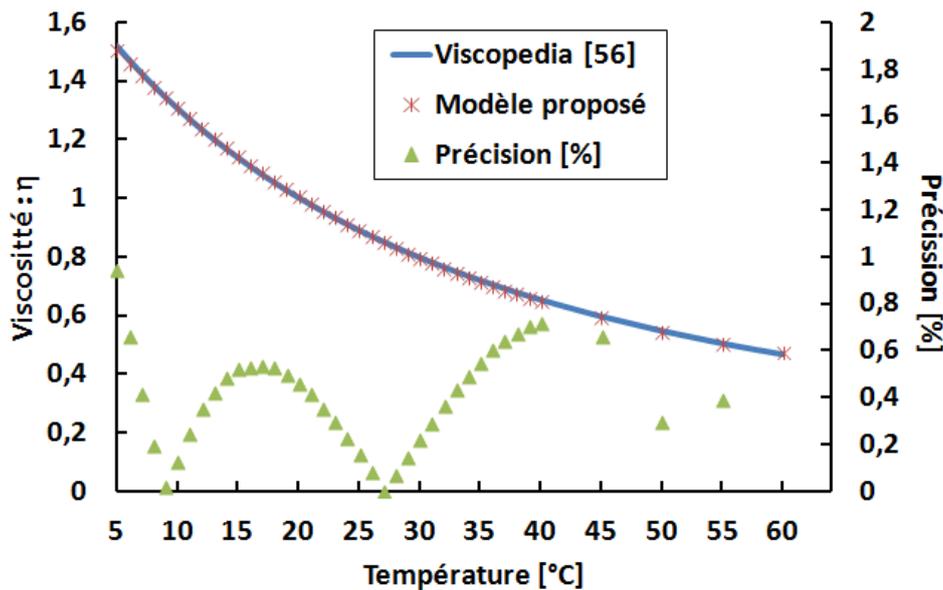


Figure II. 63: Différences entre les valeurs calculées par le modèle proposé et les données expérimentales trouvées dans la littérature [56].

Nous remarquons d'après cette figure, que les valeurs calculées par le modèle de la viscosité de l'eau proposé coïncident avec les valeurs mesurées pour toutes les températures jusqu'à 60°C.

2.3.5. Temps de relaxation et viscosité

La relaxation des dipôles s'accompagne d'une dissipation d'énergie. Ainsi, sous l'influence d'un champ alternatif, il apparaît des pertes diélectriques. Le temps de relaxation

d'un dipôle tournant dans un liquide de viscosité dynamique a été calculé par Debye (cf. équation (E II.19)) [57].

$$\tau(\eta, T) = \frac{4\pi\eta R^3}{KT} \quad (\text{E II.19})$$

Où k est la constante de Boltzmann, R est le rayon de la molécule, T est la température et η est la viscosité du liquide.

Nous présentons dans le tableau 8, une comparaison entre les valeurs calculées par le modèle du temps de relaxation proposé et les valeurs obtenues par le modèle d'Einstein. Nous remarquons que le taux d'erreur est inférieur à 6% à toutes les températures étudiées entre 5° et 100°C. Cette comparaison nous permet de déduire que le modèle proposé pour le temps de relaxation de l'eau désionisée pour des températures comprises entre 5° et 60°C est aussi valable pour des températures plus élevées jusqu'à 100°C.

Tableau II. 8 : Comparaison entre les valeurs calculées par le modèle proposé et le modèle d'Einstein du temps de relaxation de l'eau en fonction de la température.

T [°C]	Viscosité η	τ [Ps]		
		Notre modèle	Einstein	Erreur [%]
5	1,5182	15,0415	14,3301	4,7299
10	1,3059	12,8649	12,1086	5,8791
20	1,0016	9,5126	8,9702	5,7020
35	0,7191	6,2596	6,1267	2,1232
40	0,6527	5,5061	5,4722	0,6159
50	0,5465	4,3456	4,4400	2,1726
60	0,466	3,5308	3,6724	4,0102
70	0,4035	2,9586	3,0872	4,3443
80	0,354	2,5569	2,6317	2,9274
90	0,315	2,2748	2,2773	0,1102
100	0,282	2,0767	1,9841	4,4609

2.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différents modèles proposés pour déterminer les propriétés diélectriques des liquides étudiés. Au début de ce chapitre nous avons défini les caractéristiques de la technologie basée sur une sonde coaxiale utilisée pour effectuer les mesures, ainsi que le principe et la méthode de mesure.

Nous avons ensuite analysé l'effet de la température sur les propriétés diélectriques de l'eau et sur les structures moléculaires de la solution aqueuse de glucose en fonction de sa concentration. Les résultats de mesures des permittivités diélectriques complexes de l'eau désionisée et des solutions aqueuses de glucose sont présentés sur une large bande de fréquences allant de 200 MHz à 50 GHz, et sur une large gamme de températures comprises entre 5° et 45 °C.

Pour atteindre l'objectif de cette étude, qui était d'étudier les réponses électromagnétiques du liquide, nous avons proposé deux modèles. Dans un premier temps, les permittivités diélectriques de l'eau désionisée sont modélisées en fonction de la température. Ce modèle est basé sur des bases de données obtenues de la littérature. Le modèle obtenu est validé sur une large bande de fréquence de 200 MHz à 50 GHz et pour des températures comprises entre 5 °C et 60 °C. La validation se fait en comparant le modèle proposé avec des données expérimentales obtenues de la littérature, et des données expérimentales effectuées dans notre laboratoire. Les valeurs calculées coïncident avec les valeurs mesurées pour toutes les températures jusqu'à 45 °C et pour des fréquences allant jusqu'à 50 GHz. Pour les températures supérieures à 45 °C, le manque de données expérimentales fait que nous ne pouvons pas connaître la précision de notre modèle aux températures élevées. Les seules valeurs que nous avons trouvées sont à 50° et 60° C.

Le deuxième modèle proposé est celui de la permittivité complexe du glucose en fonction de la température et de la concentration. Contrairement au modèle de l'eau désionisée, nous ne pouvons pas comparer ce modèle avec la littérature car nous n'avons trouvé aucune mesure ni fonction pour des modèles de permittivités diélectriques d'une solution aqueuse de glucose. Dans ce cas, nous l'avons comparé avec nos mesures de permittivités complexes sur une large gamme de fréquence de 200 MHz à 35 GHz, et pour des températures comprises entre 20° et 45°C.

Afin de compléter l'étude de tous les paramètres qui caractérisent les liquides, il est nécessaire d'étudier l'effet de la viscosité sur le liquide en fonction de la température et de la concentration. Pour cela, nous avons proposé un modèle de la viscosité du glucose et un autre pour l'eau pure. Les valeurs calculées par le modèle de la viscosité de l'eau coïncident avec les données expérimentales trouvées dans la littérature pour toutes les températures comprises entre 5° et 60°C. D'autre part, les valeurs mesurées de la viscosité du glucose coïncident avec les valeurs calculées par ce même modèle.

Les résultats présentés dans le cadre de ce chapitre sont exploités dans le chapitre III pour concevoir de nouvelles générations de biocapteurs hyperfréquences résonants pour la détermination de la concentration en glucose en solution aqueuse.

Bibliographie du chapitre II

- [1]. Agilent 85070E, Keysight technologies, <http://www.keysight.com/agilent/85070e> dielectric probe kit 200 MHz to 50 GHz.
- [2]. Felix Franks, Water A comprehensive treatise, volume1, The Physics and Physical Chemistry of water, Livre, 1972.
- [3]. Hydrogen bonds, <http://lab.concord.org/embeddable.html#interactives/sam/intermolecular-attractions/6-hydrogen-bonds-a-special-type-of-attraction.json>.
- [4]. G. Lelong, “ETUDE STRUCTURALE ET DYNAMIQUE DE SOLUTIONS DE SUCRE CONFINEES”, Université d’Orléans, 2007.
- [5]. T. Al-Shemmeri, Engineering Fluids Mechanics, Livre, 2012.
- [6]. Didier Desjardins, Michel Combarous, Nathalie Bonneton, Mécanique des fluides, Livre, 2005.
- [7]. U. Kaatze, J. Chem. Eng. Data, vol. 34, no. 4, pp. 371–374 (1989).
- [8]. W. Ellison, J. Phys. Chem. Ref. Data, vol. 36, no. 1, pp. 1–18 (2007).
- [9]. H. J. Liebe, G. A. Hufford, and T. Manabe, Int. J. Infrared Millimeter Waves, vol. 12, no. 7, pp. 659–675 (1991).
- [10]. T. Meissner and F. J. Wentz, IEEE Trans. Geosci. Remote Sens., vol. 42, no. 9, pp. 1836–1849 (2004).
- [11]. A. Stogryn, H. Bull, K. Rubayi, and S. Iravanchy, “The microwave permittivity of sea and fresh water,” GenCorp Aerojet, Azusa, CA (1995).
- [12]. Debye P., "Polar molecules ", Edition New York: The chemical catalog, 1929.
- [13]. D. Bertolini, M. Cassettari, and G. Salvetti, J. Chem. Phys., vol. 76, no. 6, pp. 3285–3290 (1982).
- [14]. C. Malmberg and A. Maryott, J. Res. Nat. Bur. Stand, vol. 56, pp. 369131–8, 1956.
- [15]. G. A. Vidulich, D. F. Evans, and R. L. Kay, J. Phys. Chem., vol. 71, no. 3, pp. 656–662 (1967).
- [16]. L. Dunn and R. Stokes, Trans. Faraday Soc., vol. 65, pp. 2906–2912(1969).
- [17]. B. B. Owen, R. C. Miller, C. E. Milner, and H. L. Cogan, J. Phys. Chem., vol. 65, no. 11, pp. 2065–2070 (1961).
- [18]. H. Kienitz and K. Marsh, Pure Appl. Chem., vol. 53, no. 10, pp. 1847–1862 (1981).

- [19]. D. P. Fernandez, Y. Mulev, A. Goodwin, and J. L. Sengers, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 24, no. 1, pp. 33–70 (1995).
- [20]. M. Uematsu and E. Frank, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 9, no. 4, pp. 1291–1306 (1980).
- [21]. R. Buchner, J. Barthel, and J. Stauber, *Chem. Phys. Lett.*, vol. 306, no. 1, pp. 57–63 (1999).
- [22]. E. Volf, Ph.D. thesis, University of Paris XI N 2392, 1981.
- [23]. N. E. Hill, *Trans. Faraday Soc.*, vol. 59, pp. 344–346 (1963).
- [24]. J. Huck, G. Noyel, and L. Jorat, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 23, no. 4, pp. 627–638 (1988).
- [25]. P. Mason, J. Hasted, and L. Moore, *Adv. Mol. Relax. Int. Pr.*, vol. 6, no. 3, pp. 217–232 (1974).
- [26]. K. Giese, Ph.D. thesis: University of Gottingen, 1964.
- [27]. R. J. Sheppard, “Ph.D. thesis, london university,” 1971.
- [28]. G. Vicq, *C. R. Acad. Sc. (Paris)* .1. 271, pp. 220–222, 1970.
- [29]. H.V. Chekalin and I.M. Shakhparonov, *Zh. Strukt. Khim.* 9, pp. 896–898 (1968).
- [30]. J. Saxton, *P. Roy. Soc. Lond. A. Mat.*, vol. 213, pp. 473–492 (1952).
- [31]. H. Cook, *B. J. App. Phys.*, vol. 3, no. 8, p. 249 (1952).
- [32]. J. Hasted and S. El Sabeh, *Trans. Faraday Soc.*, vol. 49, pp. 1003–1011 (1953).
- [33]. U. V. Pottel R., Kaatze U., “Dielectric reference materials for the high frequency region,” Final report to the B.C.R. project 148. Brussels, 1980.
- [34]. J. Alison and R. Sheppard, *Meas. Sci. Technol.*, vol. 2, no. 10, p. 975 (1991).
- [35]. J. Barthel, K. Bachhuber, R. Buchner, H. Hetzenauer, and M. Kleebauer, *Ber. Bunsenges. Phys. Chem.*, vol. 95, no. 8, pp. 853–859 (1991).
- [36]. C. Collie, J. Hasted, and D. Ritson, *Proc. Phys. Soc.*, vol. 60, no. 2, p. 145 (1948).
- [37]. E. Grant, T. Buchanan, and H. Cook, *J. Chem. Phys.*, vol. 26, no. 1, pp. 156–161 (1957).
- [38]. S. Muller, Ph.D. thesis: University of Gottingen, 1975.

- [39]. O. Barajas and H. Buckmaster, *J. Phys. Condens. Matter*, vol. 4, no. 45, p. 8671 (1992).
- [40]. W. Ho and W. Hall, *J. Geophys. Res.*, vol. 78, no. 27, pp. 6301–6315 (1973).
- [41]. O. Lossen, Ph.D. thesis: University of Gottingen, 1966.
- [42]. E. Weiss, E. Gerdes, and H. Hoffmann, *Z. Phys. Chem. Leipzig*, vol. 228, pp. 51–64 (1965).
- [43]. D. Adolph, Ph.D. thesis: University of Gottingen, 1969.
- [44]. H. Steinhoff, A. Redhardt, K. Lieutenant, W. Chrost, G. Hess, J. Schlitter, and H. Neumann, *A J. Phys. Sci.*, vol. 45, no. 5, pp. 677–686 (1990).
- [45]. X. Hu, H. A. Buckmaster, and O. Barajas, *J. Chem. Eng. Data*, vol. 39, no. 4, pp. 625–638 (1994).
- [46]. D. Gottlob, Ph.D. thesis, Masters Thesis, 1969.
- [47]. S. Ryyananen, *J. Food Eng.*, vol. 26, no. 4, pp. 409–429 (1995).
- [48]. U. Kaatze and V. Uhlendorf, *J. Phys. Chem.*, vol. 126, no. 2, pp. 151–165 (1981).
- [49]. G. Noyel, L. Jorat, O. Derriche, and J. Huck, *IEEE Trans. Electr. Insul.*, vol. 27, no. 6, pp. 1136–1143 (1992).
- [50]. W. Ellison, K. Lamkaouchi, and J.-M. Moreau, *J. Mol. Liq.*, vol. 68, no. 2-3, pp. 171–279 (1996).
- [51]. A. Catenaccio, Y. Daruich, and C. Magallanes, *Chem. Phys. Lett.*, vol. 367, no. 5, pp. 669–671 (2003).
- [52]. J. Hamelin, J. B. Mehl, and M. R. Moldover, *Int. J. Thermophys.*, vol. 19, no. 5, pp. 1359–1380 (1998).
- [53]. H. Eyring and M. S. Jhon, “Significant liquid structures,” 1969.
- [54]. G. Nabokov and Y. A. Lyubinov, *Russian J. Phys. Chem*, vol. 61, pp. 106–109 (1987).
- [55]. Cole K. S., R. H. Cole, "Dispersion and absorption in dielectrics. I. Alternating current characteristics ", *Journal of Chemical Physics*, Vol. 9, pp. 341-351, 1941.
- [56]. Viscopedia, Measurement data, <http://www.viscopedia.com/viscosity-tables/substances/water/>, IAPWS 2008.
- [57]. Robert Fournié, Roland Coelho, *Diélectriques- Bases théoriques*, Livre, 2000.

Chapitre III : Capteur Microonde A Base De Technologie Planaire Et Volumique

Sommaire

Chapitre III : Capteur Microonde A Base De Technologie Planaire Et Volumique	113
3.1. Introduction.....	115
3.2. Choix des tubes et des liquides diélectriques.....	115
3.2.1. Tube de prélèvement sanguin	115
3.2.2. Choix des liquides diélectriques	116
3.3. Capteur microonde basé sur un résonateur planaire	117
3.3.1. Choix de la technologie:	117
3.3.2. Capteur à base d'un resonateur à stub.....	118
a) Influence de la position du tube sur la performance du résonateur.....	119
b) Influence de la longueur du stub sur la performance du résonateur.....	122
c) Influence de la largeur du stub sur la performance du résonateur.....	- 124 -
d) Résultats de mesures du résonateur.....	- 125 -
e) Conclusion	- 127 -
3.3.3. Capteur à base d'un resonateur DBR.....	- 127 -
a) Topologie du résonateur.....	- 128 -
b) Résultats de mesures de résonateur DBR.....	- 130 -
c) Conclusion	- 132 -
3.4. Capteur microonde à base de technologie volumique.....	- 133 -
3.4.1. Rappel théorique (guide rectangulaire et guide plan)	- 133 -
3.4.2. Topologie du guide d'onde	- 134 -
3.4.3. Guide d'onde sans ouverture avec tube centré au milieu.....	- 135 -
3.4.4. Guide d'onde avec ouverture	- 137 -
a) Guide avec un Trou au-dessus	- 138 -
b) Résultats de mesures du guide d'onde	- 139 -
3.4.5. Conclusion	- 144 -
3.5. Conclusion	- 144 -
Bibliographie du chapitre III.....	- 147 -

3.1. Introduction

Les travaux menés dans le cadre du chapitre II ont permis d'une part de valider le fonctionnement des biocapteurs microondes du point de vue de l'interaction entre le champ électromagnétique et les différents fluides étudiés; et d'autre part, d'améliorer la conception du capteur hyperfréquence afin de maximiser sa sensibilité. Le présent chapitre réutilise les résultats du chapitre précédent, afin de développer des capteurs performants en termes de précision pour la détermination des propriétés des liquides (mesures de permittivité, de concentration en soluté,...), celles pour lesquelles l'interaction entre le liquide sous test et le champ électrique est sensible à la nature des liquides étudiés.

Actuellement, Il existe plusieurs méthodes pour mesurer le taux de glucose dans le sang humain. Une de ces méthodes consiste à effectuer des prélèvements sanguins. Ces prélèvements sont placés dans des tubes à essai et analysés au laboratoire par voie physico-enzymatique. Ainsi, les techniques microondes constituent une voie complémentaire pour la mesure de liquides biologiques. Il s'agit d'une méthode simple et rapide pour obtenir les résultats souhaités. Dans cette perspective, le tube à essai standard est utilisé pour valider la possibilité d'usage de ce type de tube dans les techniques de mesure microondes.

L'objectif de cette étape de modélisation du biocapteur est d'établir un lien entre les écarts de permittivité des différents fluides sous test et les variations des caractéristiques du résonateur ΔFr et $\Delta |S_{21}|$. Pour effectuer cette étude, deux technologies sont utilisées pour la conception du capteur : la technologie planaire et la technologie volumique.

Dans ce chapitre, nous commençons d'abord par choisir la configuration technologique la mieux adaptée, les tubes et les liquides diélectriques à utiliser pour réaliser l'accord. Nous présentons dans la suite, l'accordabilité de la fréquence de résonance d'un stub quart d'onde, ainsi que celle d'un résonateur DBR (Dual Behavior Resonator). La dernière partie de ce chapitre est consacrée à la structure volumique d'un guide d'onde rectangulaire.

3.2. Choix des tubes et des liquides diélectriques

3.2.1. Tube de prélèvement sanguin

Dans notre travail, nous avons choisi le tube de sérum le plus utilisé dans les laboratoires d'analyse pour le remplir de sang humain et faire les mesures et les analyses nécessaires [1]. Dans notre projet, nous avons utilisé le même tube de prélèvement sanguin

afin d'étudier les caractéristiques diélectriques et les réponses électromagnétiques d'une solution aqueuse de glucose à différentes concentrations et du sang humain total afin d'y déterminer le taux de glucose (glycémie). Les caractéristiques du tube choisi sont présentées sur la Figure III.1.

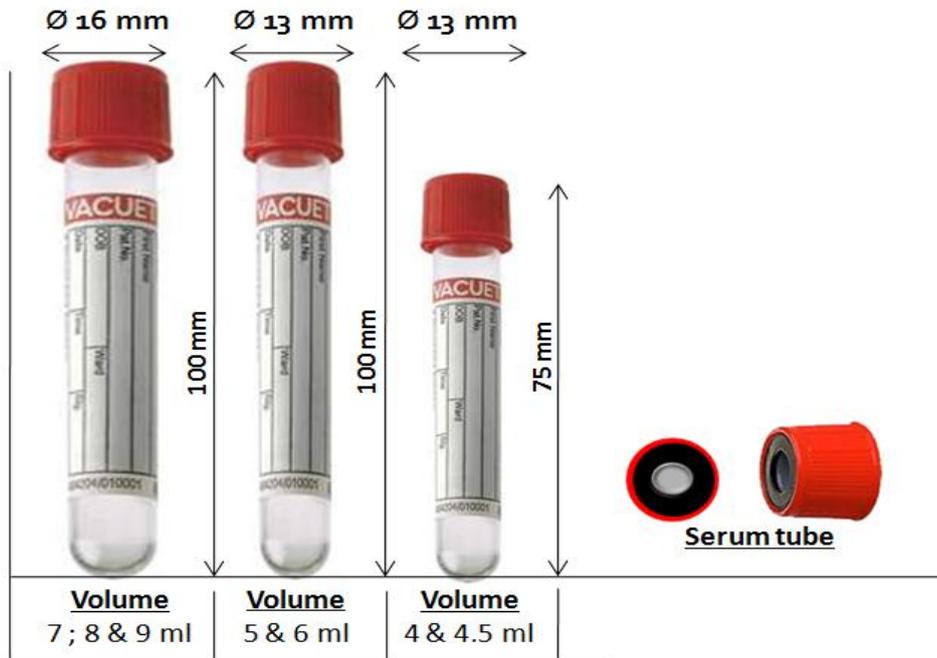


Figure III. 1: Les caractéristiques des tubes de sérum [1].

Pour des raisons de sécurité et afin de simplifier les procédures et les principes de mesures électromagnétiques du sang humain, nous avons utilisé ces tubes de prélèvement où les prélèvements sanguins sont placés directement. Nous n'avons ainsi pas besoin d'utiliser d'autres équipements pour doser et transporter le sang. Dans ce cas, et pour prendre en compte les effets électromagnétiques de ces tubes dans toutes les mesures à effectuer, nous les avons utilisés pour placer des solutions aqueuses de glucose afin de déterminer leurs concentrations.

3.2.2. Choix des liquides diélectriques

Avant de choisir les liquides diélectriques, il est nécessaire de noter que la permittivité diélectrique du sang total est très élevée en basses fréquences (voir Figure III.2). Pour cela, il faut choisir un liquide ayant la même variation de permittivité en fonction de la fréquence.

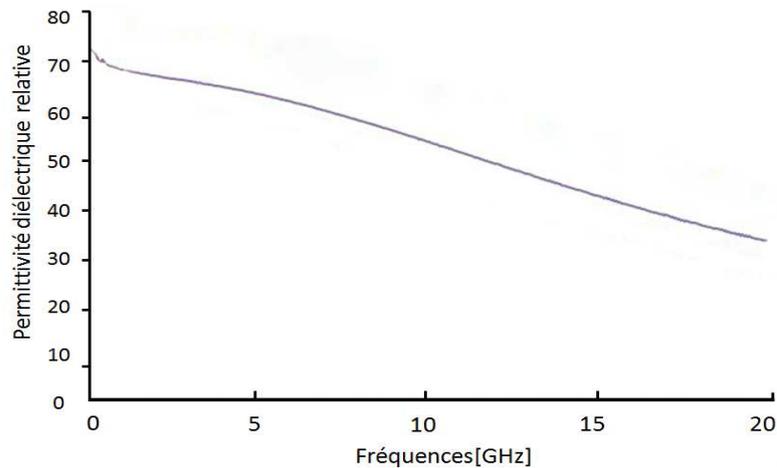


Figure III. 2: Permittivité diélectrique du sang humain en fonction de la fréquence [2].

Les liquides sont classés en deux groupes ; polaires et non polaires. Les liquides polaires sont caractérisés par des permittivités élevées (ex: alcool, eau,...) tandis que les liquides non polaires sont caractérisés par des permittivités largement inférieures (ex: huile,...) [3, 4]. Nous choisissons donc un liquide polaire faisant office de sang humain.

Comme énoncé dans le deuxième chapitre, l'eau a une permittivité élevée en basses fréquences. De plus, il s'agit d'un très bon solvant grâce à une polarisation élevée. Pour ces raisons, l'eau est utilisée pour préparer les solutions de glucose afin d'en déterminer la concentration et les caractéristiques diélectriques.

3.3. Capteur microonde basé sur un résonateur planaire

3.3.1. Choix de la technologie:

La technologie planaire est très souvent utilisée en raison de son faible encombrement, de son intégration aisée et son faible coût de fabrication, elle pâtit cependant d'un facteur de qualité faible.

Afin d'obtenir un effet significatif du champ électromagnétique sur la solution étudiée, il faut avoir un champ électromagnétique maximal à l'endroit où la solution est placée. Une des technologies planaires susceptibles de répondre à ce besoin est la technologie microruban. La technologie microruban demeure la structure planaire la plus utilisée pour la réalisation de dispositifs microondes et millimétriques, ceci grâce à leur souplesse et la simplicité de leur procédé technologique. La ligne microruban est constituée d'un substrat diélectrique d'épaisseur h métallisé sur sa face inférieure, et supportant sur sa face supérieure, un ruban métallique de largeur w et d'épaisseur d (voir Figure III.3).

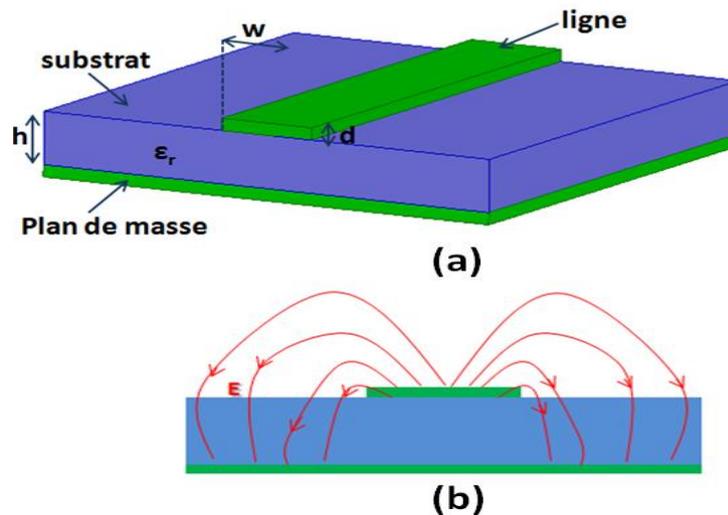


Figure III. 3: Technologie microruban: (a) ligne microruban, (b) représentation des lignes de champ

Comme le montre la Figure III.3, les lignes de champ électrique se déplacent de la ligne microruban vers le plan de masse à travers le substrat. Ces lignes de transmission sont caractérisées par une impédance caractéristique et par une permittivité effective qui dépendent de la largeur du ruban et des caractéristiques du substrat. Un substrat de faible permittivité diélectrique par comparaison à celle de la solution étudiée est à privilégier afin d'obtenir un effet significatif. Les caractéristiques de la ligne microruban sont présentées dans le Tableau III.1.

Tableau III. 1: Caractéristiques de la ligne microruban.

Substrat	Type	ϵ_r	$\text{Tan } \Delta$
		FR4	4.6
Épaisseur		h	1.6 mm
		d	33um

3.3.2. Capteur à base d'un résonateur à stub

D'après les résultats de mesures présentées dans le chapitre II, nous avons choisit dans un premier temps de développer notre capteur à la fréquence 5 GHz, où la distribution de la permittivité diélectrique des solutions glucose/eau est linéaire (voir Chapitre II). Les logiciels 'ADS' et 'HFSS' sont utilisés pour la conception et la simulation d'un résonateur à stub résonant quart d'onde. Le système adopté pour cette étude est celui de la Figure III.4. Il s'agit d'un stub terminé par un circuit ouvert.

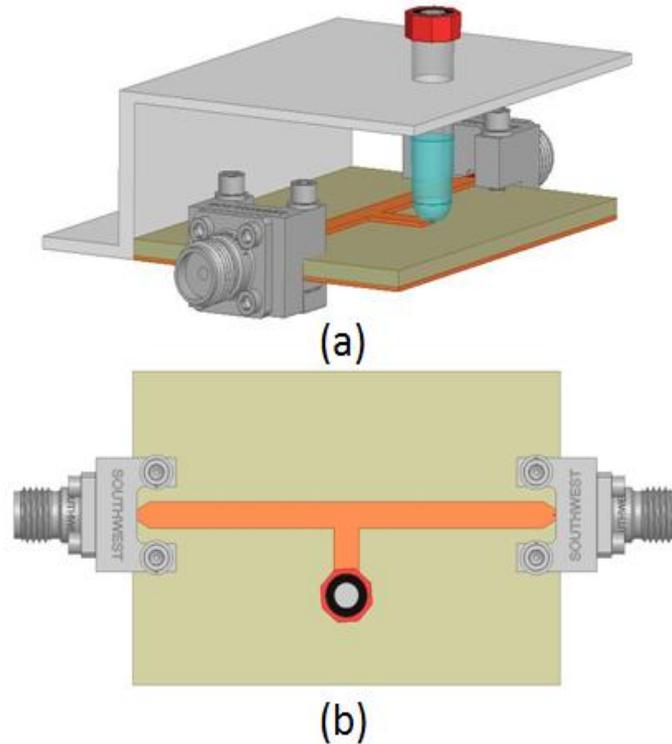


Figure III. 4: Stub avec un tube à essai placé à l'extrémité du stub: (a) vue 3D, (b) vue de dessus du résonateur.

Le substrat considéré est de type FR4 de permittivité $\epsilon_r=4.6$, et d'épaisseur 1.6 mm. Les autres paramètres sont définis dans le Tableau III.2.

Tableau III. 2: Dimensions et caractéristiques de la structure.

Nom	Type	ϵ_r	Tan Δ
Substrat	FR4	4.6	0.02
	Largeur	Longueur	Hauteur
	71mm	111mm	1.6 mm
Stub	2.95 mm	$\lambda/4$	33 um
	Impédance	Fréquence	Tube
	50	5 GHz	13x75 mm

Un tube à essai en plastique (PET : Poly-Ethylène Téréphtalate) identique à ceux utilisés au CHRU de Brest est placé au dessus du stub [5]. Nous étudions dans la partie suivante en détail l'effet de la position du tube sur la résonance du stub, afin d'obtenir la position pour laquelle la sensibilité est maximale.

a) Influence de la position du tube sur la performance du résonateur

Nous regardons dans cette partie, l'évolution de la fréquence de résonance d'un stub quart d'onde terminé en circuit ouvert en fonction de la position du tube afin de déterminer la position optimale permettant le décalage de la fréquence de résonance le plus important.

Pour effectuer cette étude, nous avons considéré trois positions pour le tube : au niveau de la jonction, au milieu et à l'extrémité du stub (voir Figure III.5). La simulation se fait à l'aide du simulateur électromagnétique HFSS de la société ANSYS.

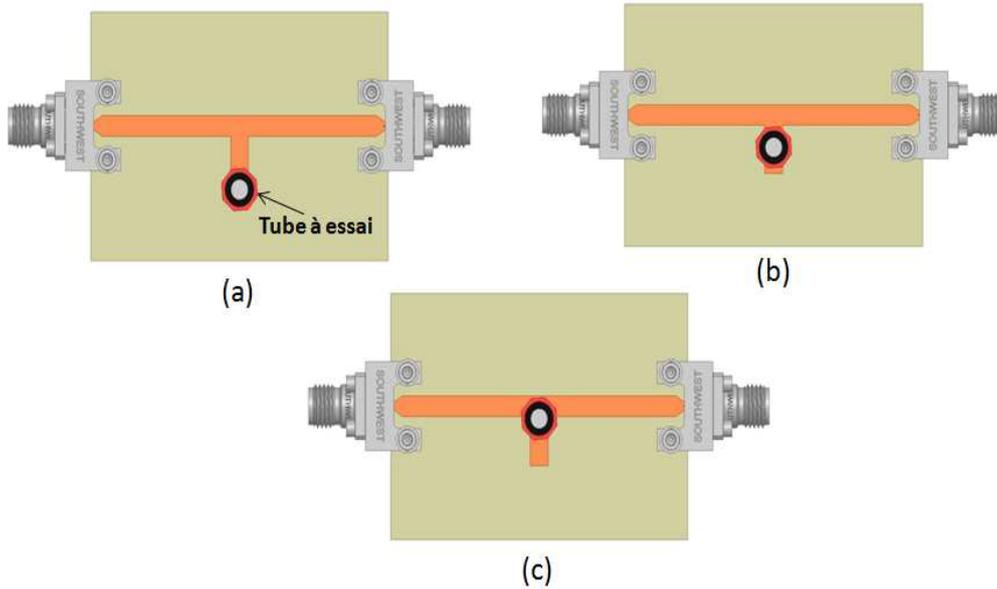


Figure III. 5: Stub quart d'onde avec un tube à essai placé à trois positions différentes: (a) à l'extrémité, (b) au milieu et (c) à la jonction.

Le tube est rempli d'eau désionisée laquelle est prise dans son état statique avec une permittivité de 80.23. Les résultats de simulation sont présentés dans les Figures III.6-III.8.

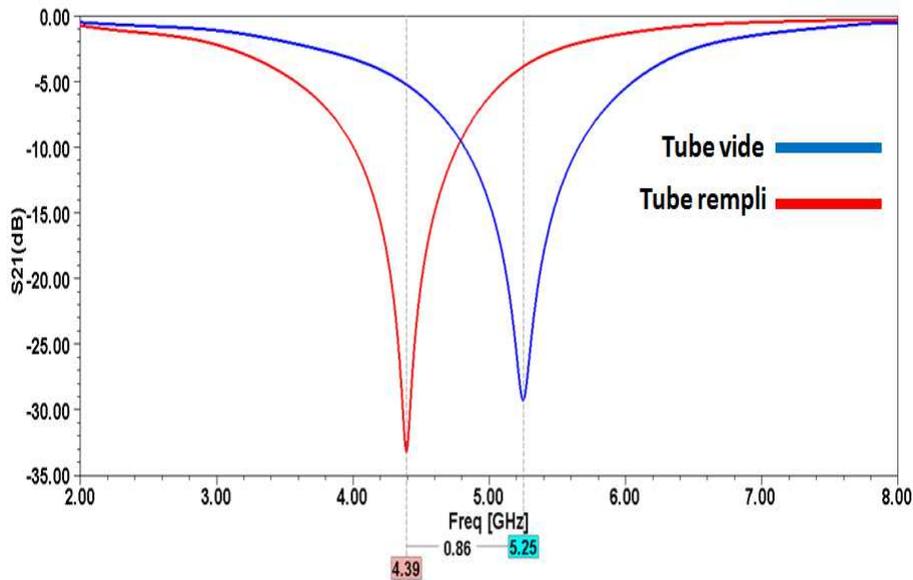


Figure III. 6: Réponses diélectriques du décalage de la fréquence de résonance d'un stub avec un tube placé à l'extrémité du stub: Tube vide (bleu), tube rempli (rouge).

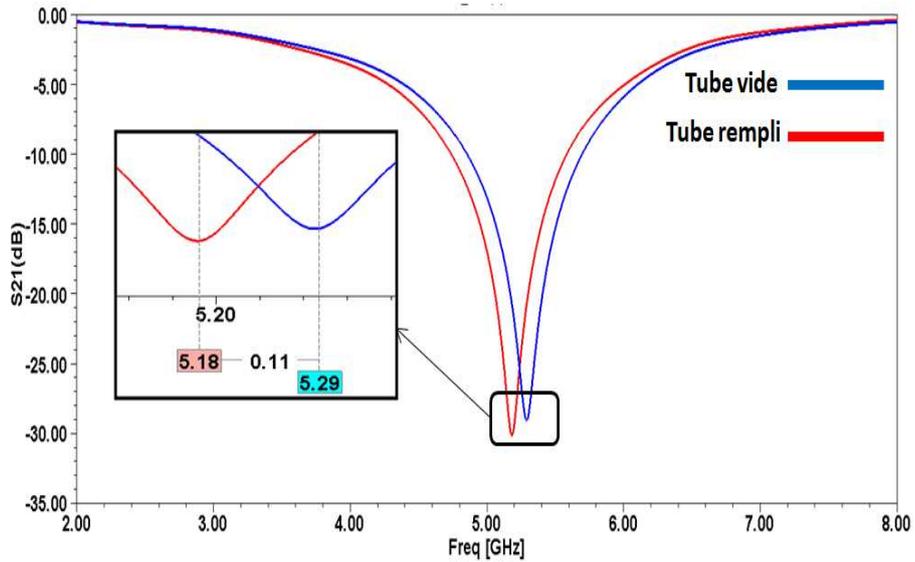


Figure III. 7: Réponses diélectriques du décalage de la fréquence de résonance d'un stub avec un tube placé au milieu du stub: Tube vide (bleu), tube rempli (rouge).

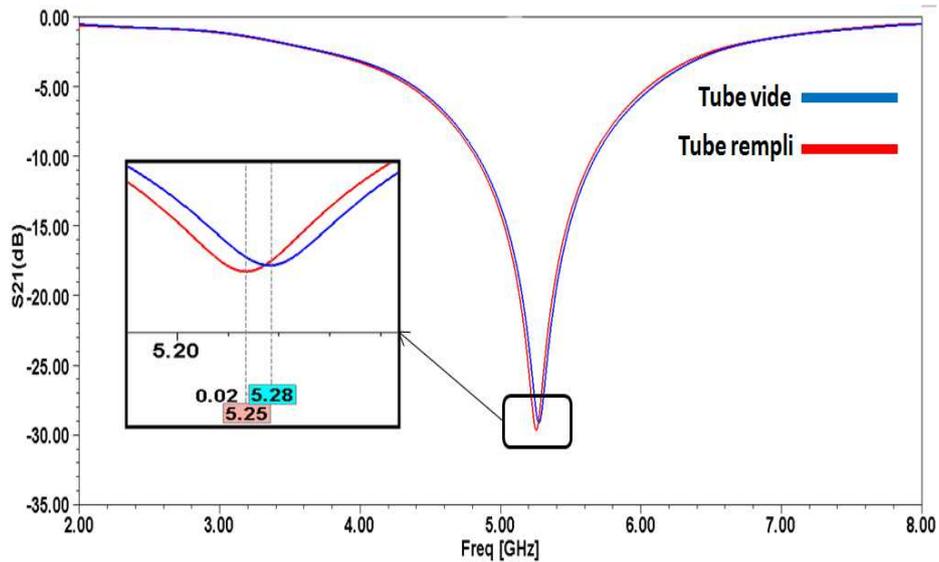


Figure III. 8: Réponses diélectriques du décalage de la fréquence de résonance d'un stub avec un tube placé au niveau de la jonction du stub: Tube vide (bleu), tube rempli (rouge).

D'après ce graphe, nous notons la différence de la dynamique de variation de la fréquence de résonance. Lorsque le tube est placé au niveau de la jonction entre la ligne d'accès et le stub, la fréquence de résonance ne bouge quasiment pas après l'ajout d'eau dans le tube. Ceci est dû au fait, qu'un stub quart d'onde terminé à son extrémité par un circuit ouvert (champs électrique maximal), présente à l'autre extrémité (au niveau de la jonction) un court-circuit électrique (champ électrique minimal). Par contre, nous remarquons un décalage significatif sous l'effet du liquide lorsque le tube est placé à l'extrémité du stub où le champ électrique est maximal.

Le résonateur est très sensible à la position du tube sur le stub. La Figure III.9 met en évidence la sensibilité du résonateur à la position du tube.

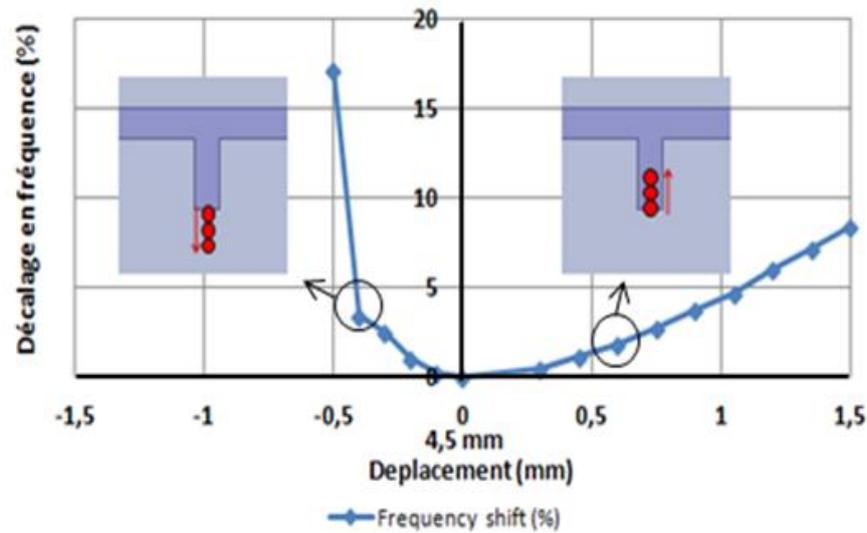


Figure III. 9: Décalage en fréquence de résonance du stub quart d'onde en fonction du déplacement de tube rempli d'une permittivité est égal à 80,23.

D'après la Figure III.9, on note qu'un petit déplacement (en mm) du tube (1mm correspond à un décalage de 14% par rapport à la longueur du stub), introduit un décalage important de la fréquence de résonance. Pour éviter cela, et s'assurer que le décalage fréquentiel est uniquement dû à la variation de la permittivité, il est nécessaire d'utiliser un support permettant de placer le tube à essai au même endroit pour toutes les mesures. (Voir Figure III.13).

b) Influence de la longueur du stub sur la performance du résonateur

Un tube à essai (PET) rempli de diélectrique de différentes permittivités est positionné à l'extrémité du stub en circuit ouvert afin d'obtenir une meilleure sensibilité avec du champ électrique, lequel est maximal à cet endroit. Dans cette partie, l'évolution de la fréquence de résonance du résonateur en fonction de la longueur du stub est représentée afin de confirmer que la longueur (quart d'onde) choisie au début de cet article assure la meilleure sensibilité du stub. Pour ce faire, trois stubs micro-ruban: quart d'onde, demi -onde et trois-quarts d'onde sont étudiés. La simulation de ces trois topologies est faite à l'aide du simulateur électromagnétique HFSS de la société ANSYS. Les résultats des simulations sont présentés dans la Figure III.10.

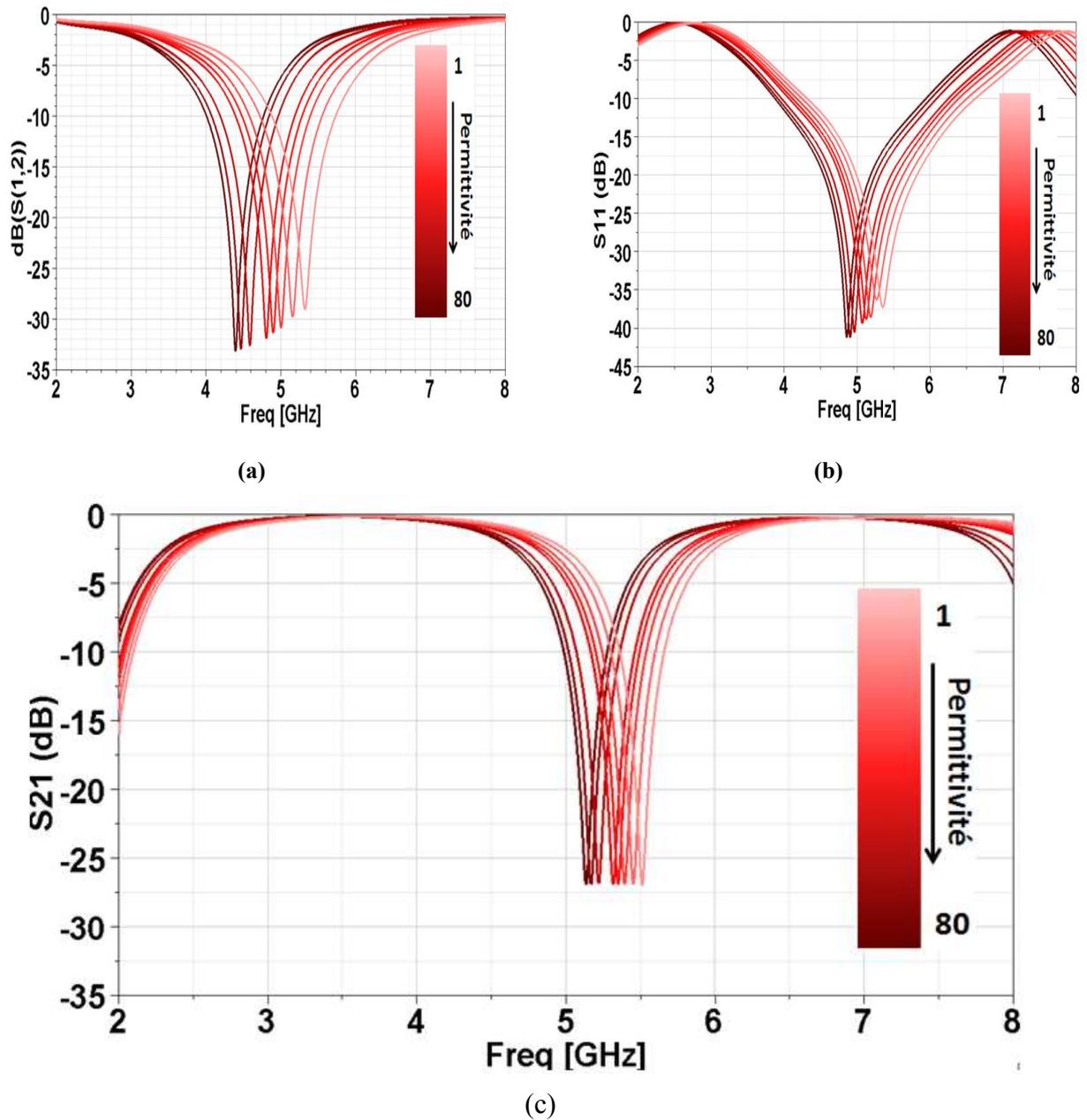


Figure III. 10: Réponses électriques du décalage de la fréquence de résonance lorsque le tube rempli de diélectrique de différentes permittivités : (a) stub quart d'onde, (b) stub demi-onde et (c) trois-quarts d'onde.

D'après la Figure III.10, nous notons la différence de la dynamique de variation de la fréquence de résonance des trois topologies (quart d'onde, demi-onde et trois-quarts d'onde) lorsque le tube est rempli de diélectriques de différentes permittivités. La Figure III.11 présente une comparaison des réponses électriques des ces trois topologies et du décalage de la fréquence de résonance. A partir de ce graphe nous pouvons déduire la topologie qui permet le décalage fréquentiel le plus important en fonction de la variation de la permittivité.

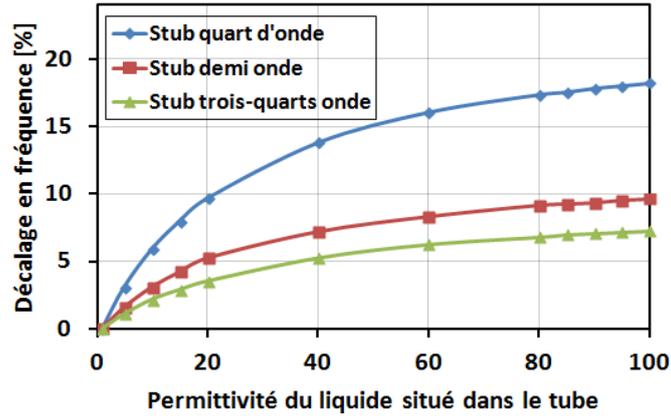


Figure III. 11: Variation du décalage en fréquence de résonance en fonction de la permittivité du tube pour les trois stubs.

Le graphe permet de constater que le décalage de la fréquence du stub quart d'onde est plus important que celui du stub demi onde et du stub trois-quarts onde, ce qui confirme notre choix de la longueur quart d'onde. D'autre part, Les simulations des ces trois topologies pour les trois positions du tube (jonction, milieu et à l'extrémité du stub) rempli de diélectrique de différentes permittivités ont été faits afin de confirmer le choix de la longueur du stub et la position du tube qui donnent la meilleur sensibilité sous l'effet du liquide diélectrique. Dans la suite, le stub quart d'onde est choisi pour réaliser le résonateur.

c) Influence de la largeur du stub sur la performance du résonateur

Nous avons vu dans les sections précédentes, que la dynamique la plus importante de la fréquence de résonance est obtenue lorsque le tube est placé à l'extrémité d'un stub quart d'onde. Dans cette partie, l'évolution de la fréquence de résonance du résonateur en fonction de la largeur du stub est représentée afin de confirmer que la largeur (2.95mm) choisie au début de cette partie assure la meilleure sensibilité et la meilleure performance du stub.

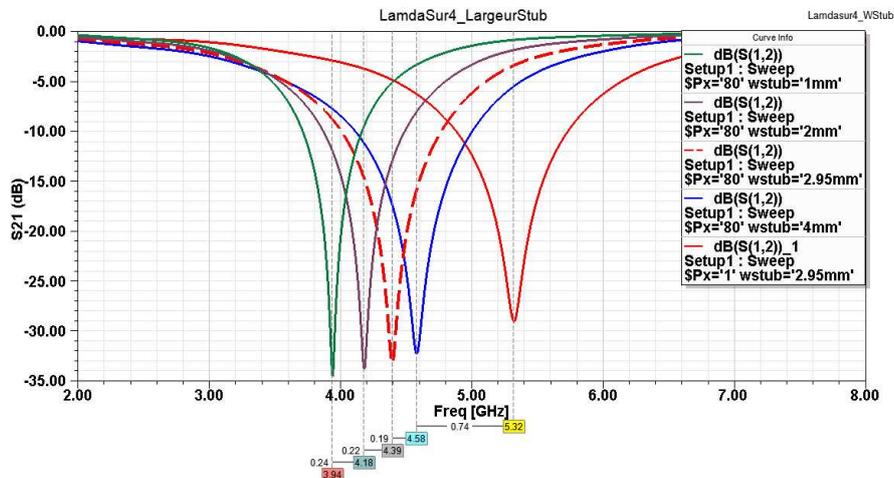


Figure III. 12: Réponses électriques du décalage de la fréquence de résonance en fonction de la largeur du stub quart d'onde.

La Figure III.12 montre que lorsque la largeur du stub diminue, le décalage de la fréquence augmente. Nous notons un décalage progressif de la fréquence de résonance de 16.2%, 21.2%, 27.3% et 35% respectivement pour des largeurs de 4 mm, 2.95 mm, 2 mm et 1 mm. Cette étude nous permet de choisir la largeur optimale du stub permettant l'obtention d'une bonne sensibilité au champ électrique d'une part et tenant la surface inférieure de tube à essai d'autre part. La largeur de stub 2.95 mm assure la meilleure performance, ce qui confirme notre choix de la largeur au début du travail.

d) Résultats de mesures du résonateur

Avant de commencer les mesures, il est nécessaire de calibrer le système à travers trois étapes : un circuit ouvert, un court circuit et une charge adaptée à chaque accès.

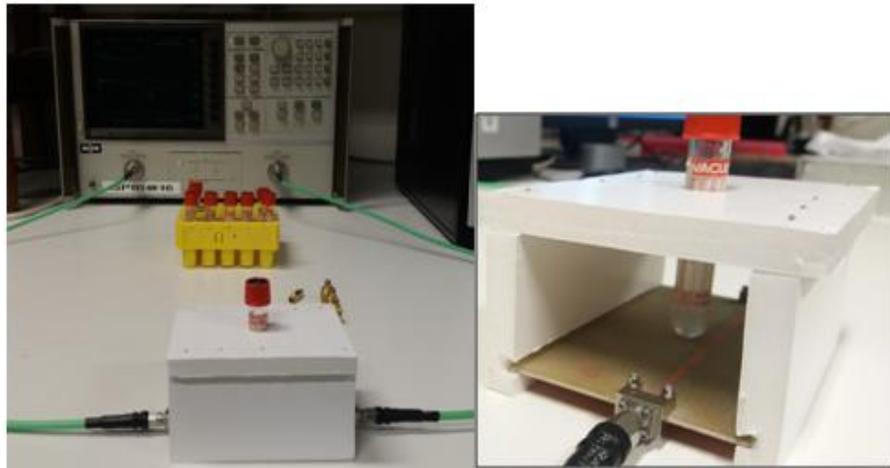


Figure III. 13: Mesure à l'aide d'un Analyseur de réseau.

Dans un premier temps, les paramètres S pour le résonateur à vide (tube à essai vide) sont mesurés. La figure suivante représente la réponse en rétro-simulation et celle mesurée d'un stub, avec un tube à essai vide positionné à son extrémité et pour une permittivité du substrat de 4.4.

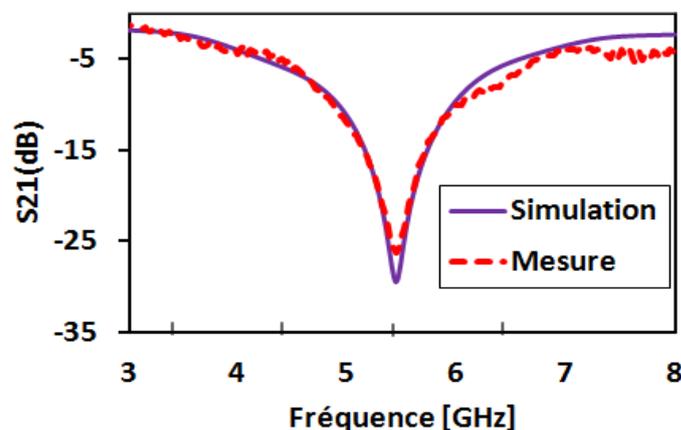


Figure III. 14: Résultats de rétro simulation et de mesure du stub quart d'onde à vide.

Le résultat montre que la mesure est cohérente avec la simulation électromagnétique. Lorsque le tube à essai est rempli d'eau désionisée et de glucose à différentes concentrations. Les propriétés diélectriques du milieu sont modifiées. Cette modification provoque un décalage de la fréquence de résonance (cf. Figure III.15).

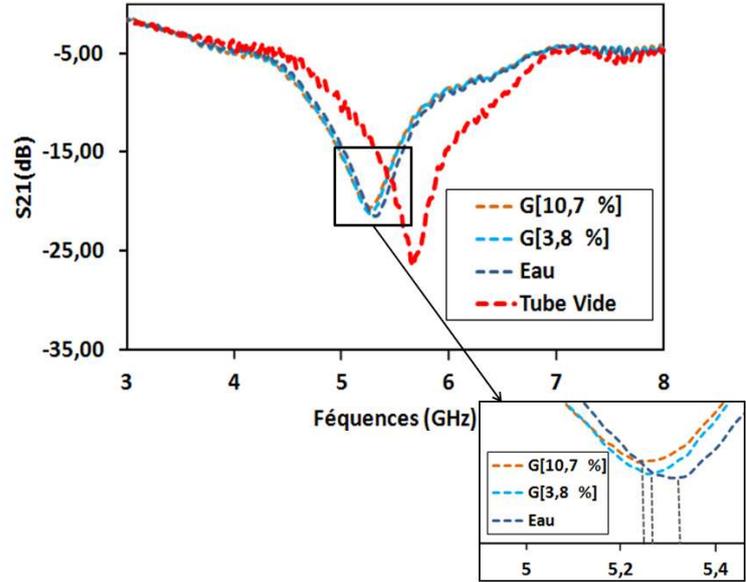


Figure III. 15: Résultats de mesure du stub quart d'onde avec un tube rempli d'eau désionisée et du glucose.

Le décalage en fréquence de résonance s’effectue entre 5.34 GHz pour le tube rempli d’eau désionisée et 5.23 GHz pour le tube rempli de glucose à 10.7%, ce qui correspond à un décalage d'environ 110 MHz. Ces informations permettent de prédire la concentration de la solution de glucose mise dans le tube.

D’après la Figure III.15 nous constatons qu’il y a une relation entre la concentration en glucose de la solution aqueuse et la réponse électromagnétique du résonateur. Nous présentons dans la Figure III.16 le décalage fréquentiel de la réponse du résonateur quart d’onde en fonction de la concentration en glucose.

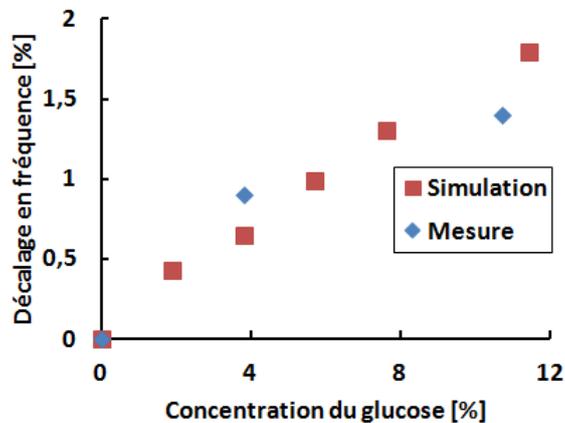


Figure III. 16: Décalage en fréquence de résonance du stub quart d'onde en fonction de la concentration du glucose.

Le graphe permet de constater que le décalage fréquentiel en fonction de la concentration devrait être une droite. Cette constatation nous permet de déduire le principe de fonctionnement du capteur microonde pour lequel il s'agira de détecter de faibles variations de concentration en glucose en tenant compte des aspects linéarité, sensibilité et fiabilité.

e) Conclusion

Dans cette partie, nous avons présenté les résultats d'une étude sur un capteur électromagnétique basé sur un résonateur avec un tube à essai rempli d'une solution aqueuse de glucose. Il a été démontré que la longueur du stub influe sur la performance du résonateur. Il est également constaté que le décalage fréquentiel dans le cas du stub quart d'onde est plus important que celui dans le cas du stub demi onde et du stub trois-quarts d'onde. Les résultats de simulation électromagnétique et de mesure obtenus sont en bon accord, un décalage de la fréquence de résonance d'environ 110 MHz est observé avec la solution de glucose à 10.7%.

3.3.3. Capteur à base d'un résonateur DBR

Dans la partie précédente, nous avons présenté un concept en technologie microruban pouvant servir à développer un capteur. Le taux de glycémie de l'échantillon à mesurer est obtenu par détection du décalage fréquentiel entre sa fréquence de résonance et celle d'un autre échantillon servant de référence. Dans ce paragraphe, nous proposons un nouveau capteur planaire basé sur la topologie DBR (Dual Behavior Resonator). Cette topologie a été imaginée et développée au Lab-STICC par Cedric Quendo [6-9]. Dans ce cas, les résonateurs sont réalisés grâce à des stubs pouvant être en circuit ouvert ou court-circuités. Chaque résonateur est alors composé de deux stubs, situés de part et d'autre de la résonance, apportant chacun un zéro de transmission (cf. Figure III.17).

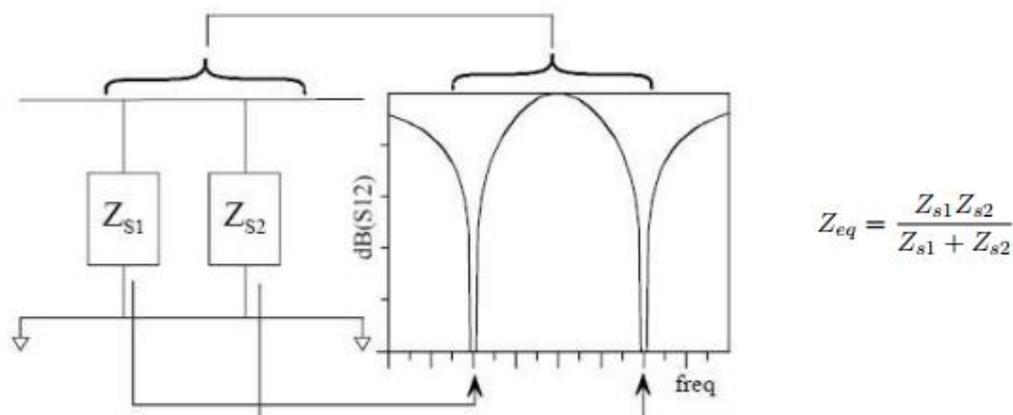


Figure III. 17: Schéma simplifié d'un résonateur DBR et son impédance équivalente [6].

a) Topologie du résonateur

Les logiciels 'ADS' et 'HFSS' sont utilisés pour la conception et la simulation de la topologie DBR à la fréquence de résonance de 5 GHz. Pour cette étude, la structure représentée dans la Figure III.18 est considérée. Il s'agit d'un stub double en circuit ouvert conçu sur un substrat diélectrique.

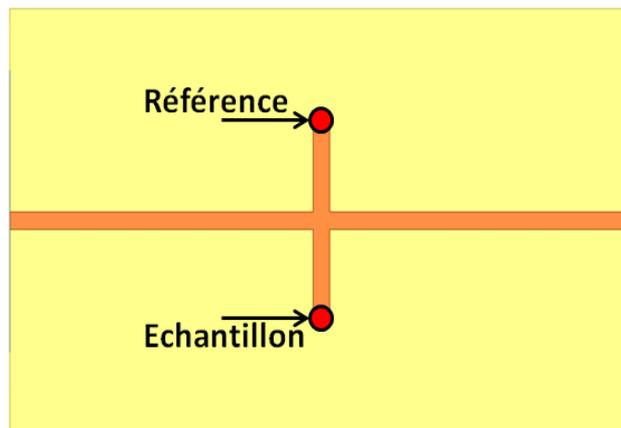


Figure III. 18: Résonateur DBR sur un substrat FR4.

La Figure III.18 montre la présence de deux échantillons différents positionnés sur les deux extrémités ce qui provoque l'effet DBR. Pour éviter le problème de placement de l'échantillon dans la même position à chaque mesure, nous avons construit un support avec deux trous de 13mm de diamètre permettant de fixer les deux échantillons aux extrémités des stubs durant toutes les mesures (Figure. III.19).

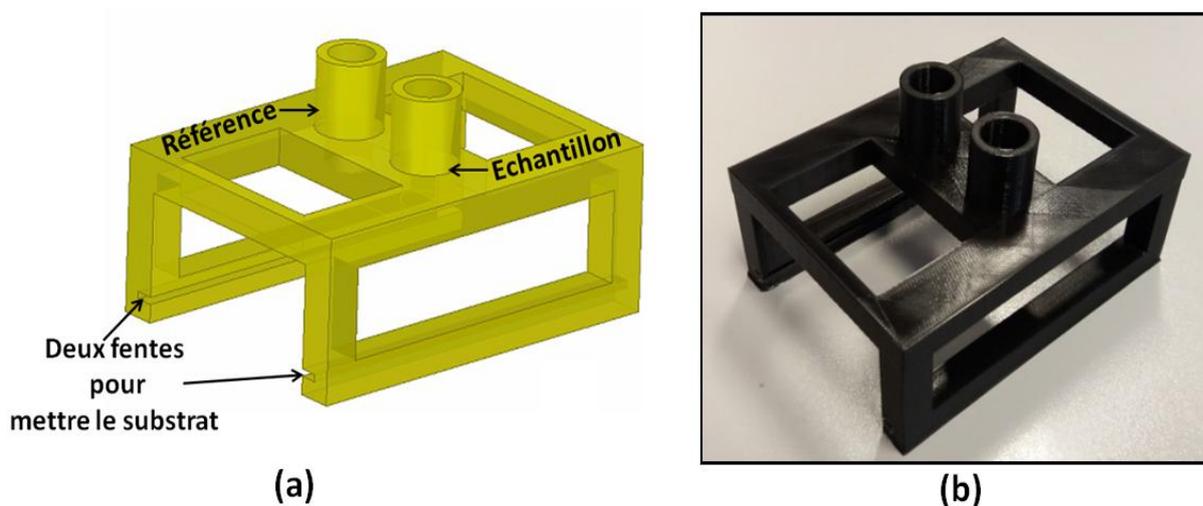


Figure III. 19: Géométrie du support utilisé pour effectuer les mesures: (a) modèle 3D, (b) support imprimé par l'imprimante 3D.

Dans cette partie, nous regardons l'évolution de la résonance du résonateur DBR en fonction des permittivités des échantillons placés dans les deux tubes à essai. Pour effectuer cette étude, nous avons rempli le premier tube (référence) avec un échantillon de permittivité égale à 70 correspondant à la permittivité de l'eau desionisée à la température ambiante (voir Chapitre II). Le deuxième tube est rempli d'une solution correspondant à la permittivité d'une solution aqueuse de glucose. La simulation de cette topologie se fait à l'aide du simulateur électromagnétique HFSS de la société ANSYS. Afin d'obtenir la réponse du résonateur à vide, nous avons simulé dans un premier temps, la structure avec deux échantillons vide. La réponse de la simulation est présentée dans la Figure III.20.

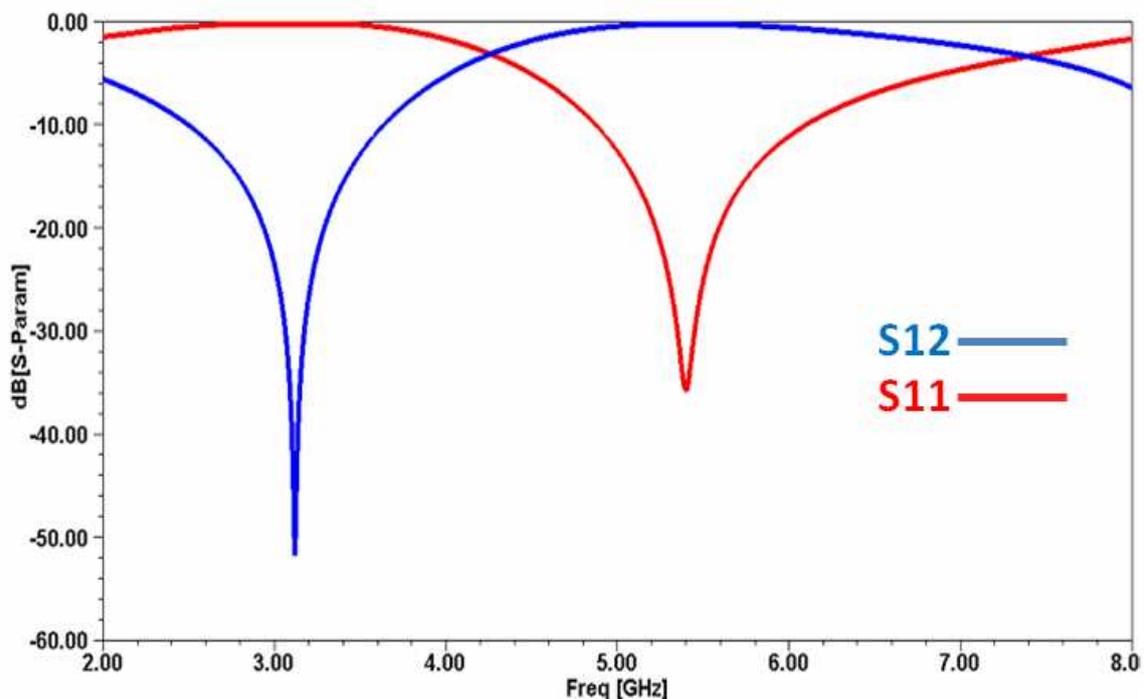


Figure III. 20: Résultats de simulation du résonateur DBR à vide : S12 (bleu), S11 (rouge)

D'après cette figure, nous remarquons la présence d'une seule résonance. Il s'agit du principe d'équilibre du DBR. Lorsque le deuxième tube est à une permittivité différente que celle du premier tube, l'équilibre du DBR est modifié, une deuxième résonance apparaît alors (voir Figure III.21).

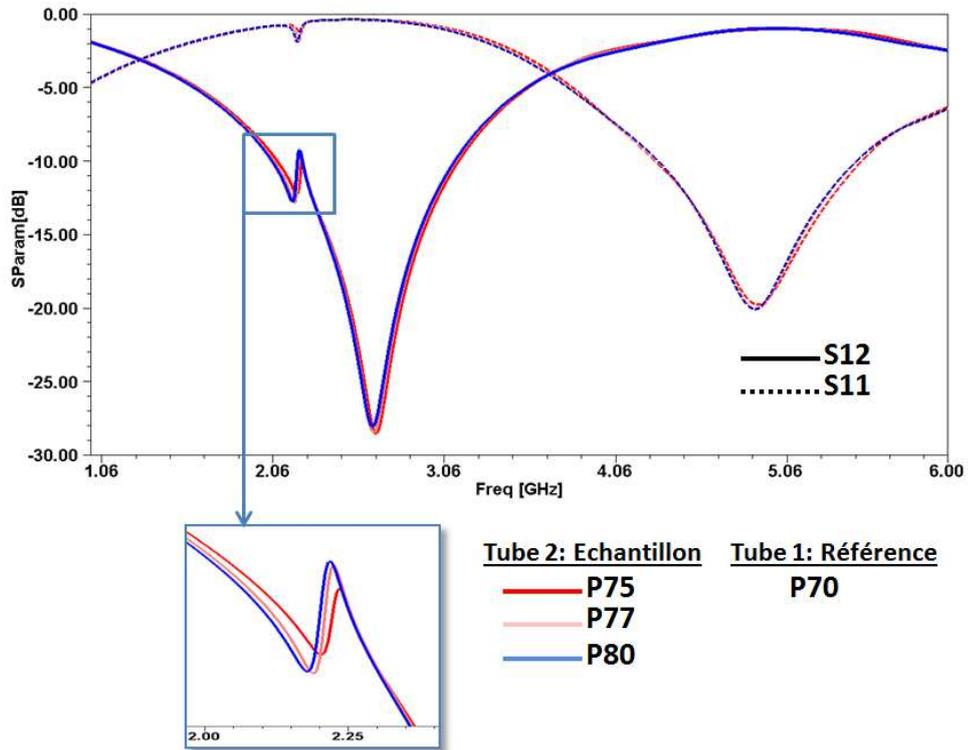


Figure III. 21: Résultats de simulations du DBR avec deux tubes remplis de différentes permittivités: Tube 1 est rempli d'une permittivité P70, tube 2 est rempli des diélectriques à différentes permittivités P75, P77 et P80.

b) Résultats de mesures de résonateur DBR

Avant de commencer les mesures, il est toujours nécessaire de calibrer le système à travers trois étapes: un circuit ouvert, un court-circuit et une charge adaptée (50 Ohm).

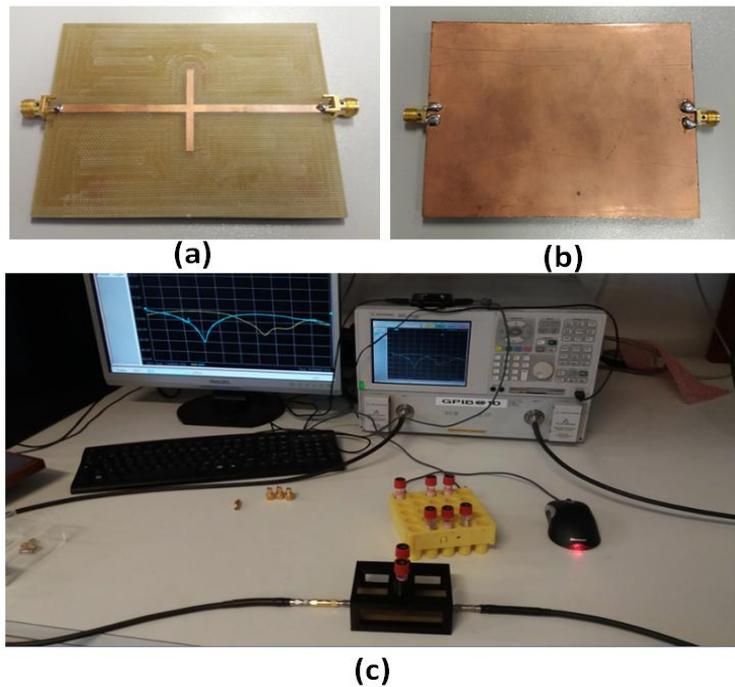


Figure III. 22: Mesure à l'aide d'un Analyseur de réseau du résonateur DBR.

Dans un premier temps, les paramètres S pour le résonateur à vide sont mesurés. La figure suivante (Figure III.23) représente la réponse de la simulation et de la mesure du DBR.

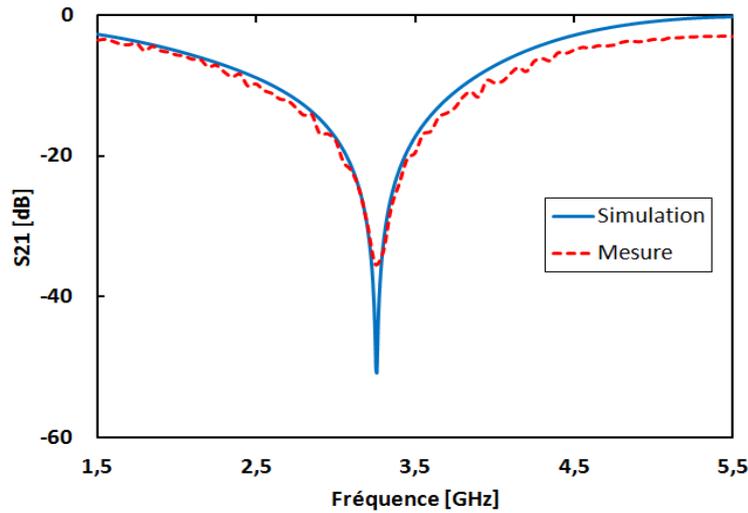


Figure III. 23: Résultats de rétro simulation et de mesure du double stub à vide

Le résultat montre que la mesure est cohérente avec la simulation électromagnétique. Lorsque les deux tubes remplis de la même permittivité, les propriétés diélectriques du milieu sont modifiées. Cette modification provoque un décalage fréquentiel, mais l'équilibre du résonateur reste inchangeable (Figure III.24).

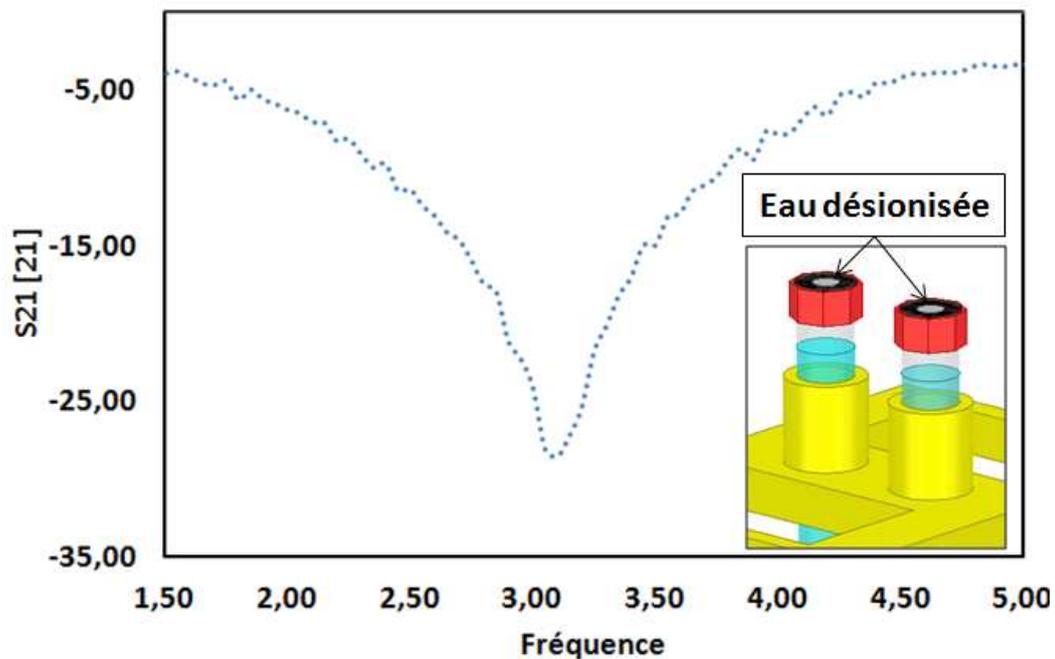


Figure III. 24: Résultats de mesure du résonateur à double stub avec deux tubes remplis d'eau désionisée.

Le changement de la permittivité, situé dans un des deux tubes, implique une modification de l'équilibre du résonateur DBR. Ceci explique l'apparition d'une nouvelle

résonance qui correspond au côté du DBR où la permittivité dans le tube est changée (voir Figure III.24).

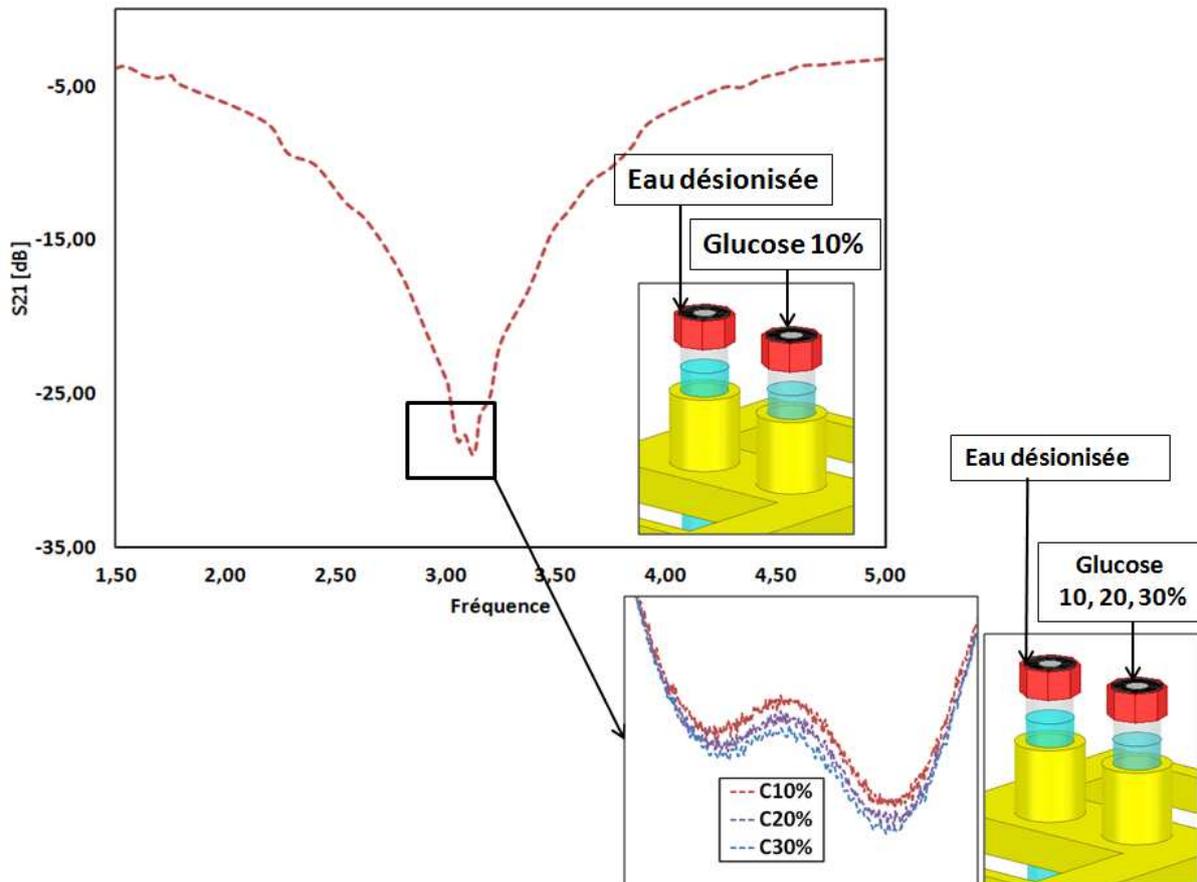


Figure III. 25: Résultats de mesure du résonateur à double stub avec deux tubes remplis d'eau désionisée et du glucose.

D'après cette figure, nous remarquons la modification de l'équilibre du résonateur DBR lorsqu'on rajoute de l'eau désionisée dans le premier tube et des solutions de glucose à différentes concentrations dans le deuxième tube. Nous notons néanmoins que ce résonateur n'est pas très sensible au changement de la concentration du glucose. Afin d'avoir une meilleure sensibilité, il est nécessaire d'étudier la même topologie à une fréquence plus élevée pour laquelle la variation de la permittivité en fonction de la concentration en glucose devient plus importante.

c) Conclusion

Dans cette partie, nous avons présenté les résultats d'une étude sur un capteur planaire basé sur la topologie DBR. Nous avons remarqué que cette topologie présente une moindre sensibilité aux variations de concentration du glucose que le résonateur à stub quart d'onde. Dans ce cas, nous proposons plusieurs solutions afin d'avoir une meilleur sensibilité, comme

par exemple d'étudier la même topologie à une fréquence plus élevée, de changer les propriétés physiques et diélectriques du substrat utilisé, ou alors de percer le substrat aux extrémités du stub pour mieux placer les tubes et ainsi confiner une grande partie des champs électromagnétiques à l'intérieur du tube.

Une autre solution consisterait à utiliser d'autres technologies pour analyser et détecter le taux de glucose dans des solutions aqueuses comme par exemple la technologie volumique.

3.4. Capteur microonde à base de technologie volumique

En technologie volumique il existe de nombreuses solutions topologiques utilisées pour développer le capteur. La plupart des technologies volumiques sont réalisés à partir de cavités métalliques (guide d'ondes, cavité, etc..) ou par des résonateurs diélectriques [10-25]. La structure la plus proche à la conception de notre capteur est la structure volumique basée sur un guide d'onde.

Après une brève présentation de la théorie des guides d'onde rectangulaires, nous présentons l'allure des champs en fonction des conditions aux limites et de la permittivité diélectrique du milieu et en fonction de la longueur du guide d'onde. Nous présentons ensuite les simulations et les mesures effectuées pour la structure volumique proposée pour la conception du capteur microonde.

3.4.1. Rappel théorique (guide rectangulaire et guide plan)

Un guide d'onde permet la propagation d'une onde électromagnétique selon une direction privilégiée, et ce idéalement sans atténuation ou distorsion du signal (tel que la dispersion) [26].

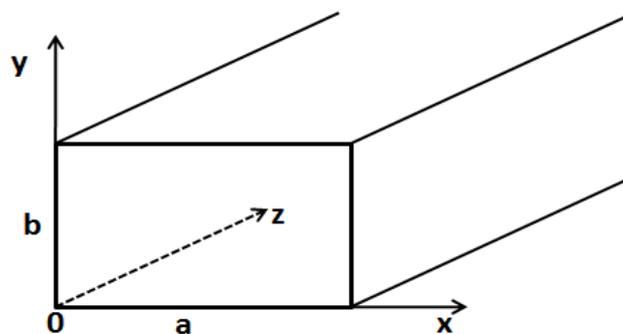


Figure III. 26: Coupe du guide rectangulaire.

Classification des modes guidés :

Nous présentons ici les propriétés de modes de propagation par une approche sous forme d'ondes planes pour un guide rectangulaire vide de section « a x b » (Figure III.25).

1. Différents modes transverses peuvent se propager dans le guide.
2. Chaque mode transverse présente une fréquence de coupure (équation (E III.1)). Le mode ne peut se propager que si la fréquence est supérieure à cette coupure donnée par :

$$f_c = \frac{c}{2} \sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2} \quad (\text{E III.1})$$

3. Par conséquent, plusieurs modes transverses peuvent se propager dans un même guide à hautes fréquences, nous parlons alors de propagation multi- modale.

3.4.2. Topologie du guide d'onde

L'objectif de cette étude est d'utiliser la technologie volumique (guide d'onde) avec des tubes standard tels que ceux utilisés au CHRU de Brest remplis dans un premier temps d'une solution aqueuse de glucose pour détecter sa concentration puis remplis de sang humain totale pour déterminer son taux de glycémie. L'interaction entre le champ électromagnétique et la solution à mesurer peut être observée en mesurant les variations des paramètres S entre 2 et 4 GHz.

Pour effectuer cette étude, nous avons étudié la transmission dans un guide d'onde (WR284) de section rectangulaire de dimension 72.14 x 34.04 mm (Figure III.26) avec un tube (75 X 13 mm) mis au centre du guide et rempli par des diélectriques de différentes permittivités. Les caractéristiques du guide d'onde utilisé sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau III. 3: Les caractéristiques du guide d'onde utilisé.

1.0	Mechanical specifications	
1.1	Waveguide type	WR284
1.2	Flange type	FDP32 (cover)
1.3	Material	Aluminum
1.4	Inside finish	Chromate conversion
1.5	Outside finish	Anticorrosion grey paint
1.6	Length	L=101.6mm
2.0	Electrical specifications	
2.1	Frequency range	2.6-3.95 GHz
2.2	VSWR (Max)	1.05

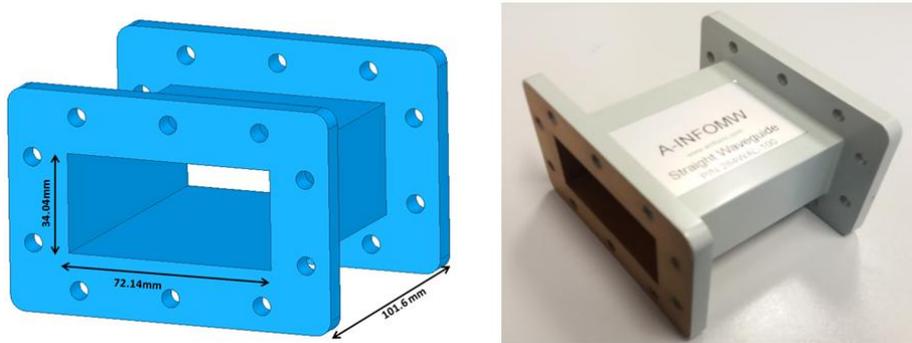


Figure III. 27: Guide d'onde rectangulaire WR284 de dimensions 34.04x72.14mm

3.4.3. Guide d'onde sans ouverture avec tube centré au milieu

Dans un premier temps, nous avons commencé par un guide d'onde non chargé (vide), afin de connaître les fréquences de coupure des cinq premiers modes qui se propagent dans le guide (Figure III.28).

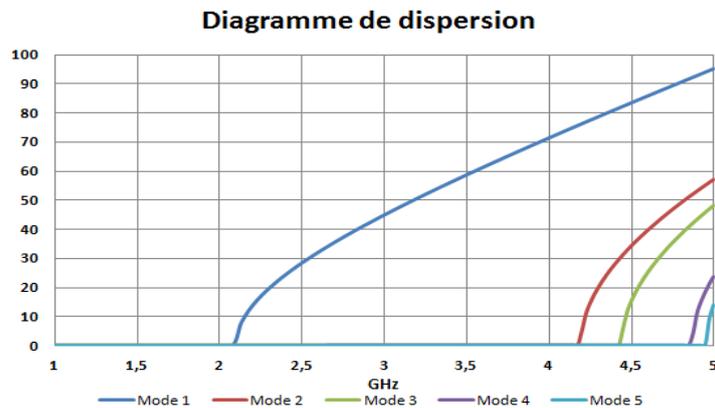


Figure III. 28: Diagramme de dispersion d'un guide d'onde non chargé (vide).

Nous avons ensuite ajouté un tube ayant une permittivité variable à l'intérieur du guide. Dans un premier temps, le tube est clos par des parois métalliques dans le prolongement des parois du guide d'onde. Le tube modélise un tube à essais rempli de liquide dont les valeurs de permittivités varient autour de 80.23, valeur correspondant à la permittivité de l'eau désionisée (permittivité de l'eau).

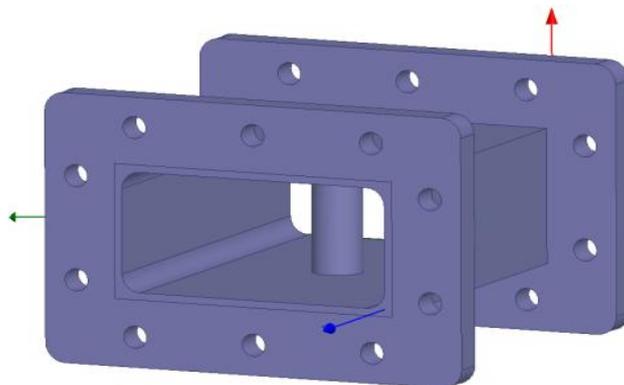
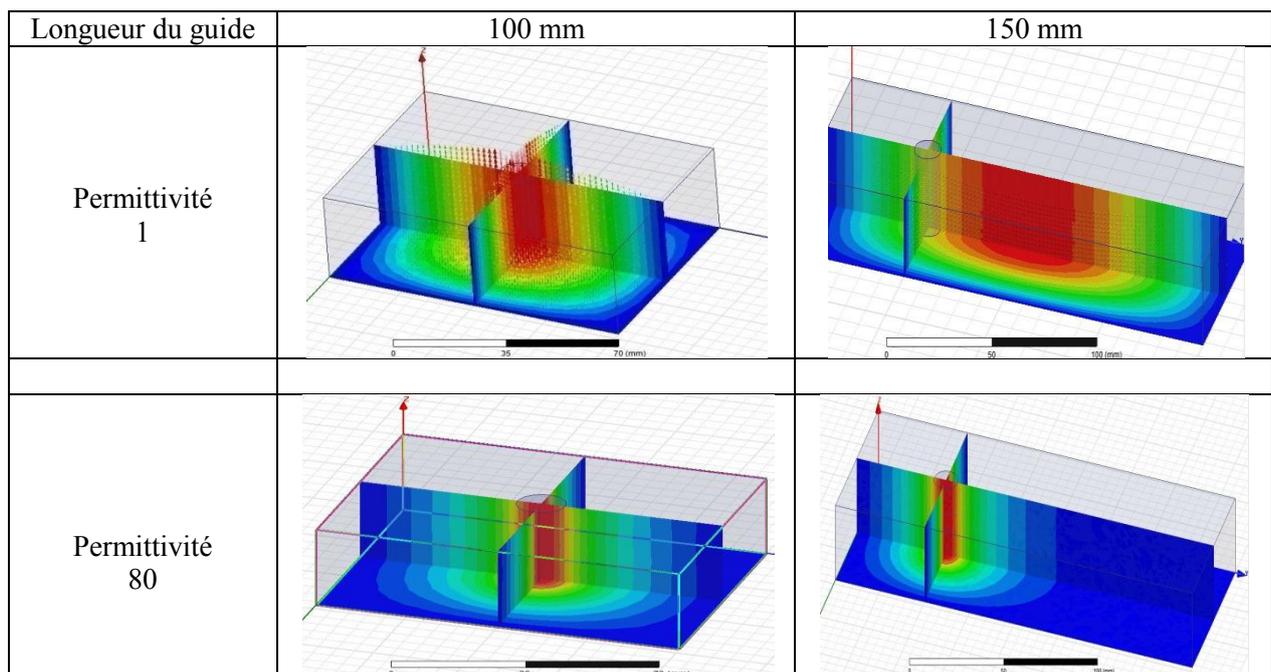


Figure III. 29: Structure du guide d'onde avec tube

Le but de ces études est de comprendre la relation entre les champs et les diélectriques des matériaux utilisés, à partir des amplitudes et phases des paramètres 'S' et de l'allure des champs dans le tube et dans le guide d'onde.

Nous considérons le guide d'onde précédent, dans lequel nous remplaçons le sang humain par de l'eau désionisée. Compte tenu du fait que dans un guide d'onde rectangulaire le champ électrique est maximal au centre et nul sur les parois, l'introduction d'un liquide diélectrique de forte constante diélectrique dans le tube à essai renforce la concentration du champ électrique dans celui-ci. De ce fait, la répartition de l'énergie électromagnétique est modifiée ce qui provoque le décalage de la fréquence de résonance. En effet, à hautes fréquences, le champ électrique est souvent plus concentré au niveau du matériau de plus forte permittivité. Nous présentons dans le Tableau III.4, l'allure des champs électriques (E) en fonction de la longueur du guide et de la permittivité située dans le tube.

Tableau III. 4: Répartition des champs électriques dans le guide d'onde en fonction de la permittivité du tube et en fonction de la longueur du guide



D'après le changement de la permittivité diélectrique située dans le tube et la longueur du guide, nous remarquons que lorsque nous augmentons la permittivité diélectrique à l'intérieur du tube, les champs tendent vers le tube de forte permittivité quel que soit la longueur du guide.

Dans notre cas, et afin d'obtenir une interaction significative, il faut que le tube soit placé à l'endroit où il y a un champ électrique maximal. Pour cela, nous avons percé le guide d'onde au milieu pour placer le tube de sérum utilisé et effectuer toutes les mesures nécessaires. Nous allons alors dans la partie suivante aborder les procédures utilisées dans la conception du nouveau capteur hyperfréquence sans contact.

3.4.4. Guide d'onde avec ouverture

Pour s'approcher du cas réalisable, nous avons ensuite modélisé notre guide, avec des trous parallèles sur les parois verticales (dessus et dessous-dessus) et deux trous parallèles sur les parois horizontales (voir Figure III.30). De la même façon que précédemment, nous allons ensuite introduire un tube constitué d'un matériau de permittivité relative variable modélisant un tube à essai rempli de liquide.

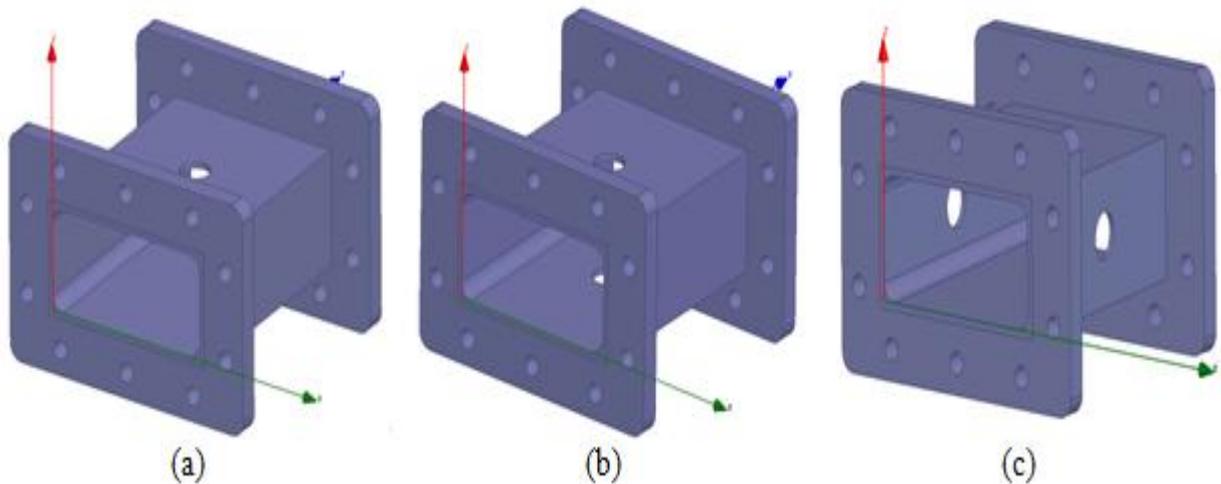


Figure III. 30: Structures de guides avec ouvertures: (a) au-dessus, (b) dessus-dessous, (c) Horizontalement

Afin de réduire l'influence de la discontinuité, due aux ouvertures dans les parois métalliques du guide, nous avons choisit la première structure du guide qui a une seule ouverture au-dessus de la face supérieur du guide. Les simulations de deux autres structures sont présentées dans l'Annexe. Dans les trois cas suivants, nous avons changé les valeurs de permittivité diélectrique des matériaux que nous avons mis à l'intérieur du tube entre 70 et 80.

a) Guide avec un Trou au-dessus

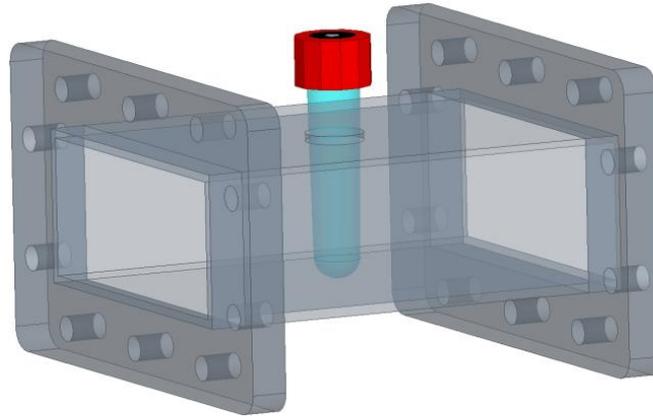


Figure III. 31: Structure du guide d'onde avec le tube de sérum inséré au milieu.

Le guide d'onde rectangulaire WR284 est percé avec un seul trou sur la paroi supérieure. Ce trou permet d'insérer le tube de sérum à l'intérieur du guide (Figure III.31). Le perçage est effectué au département Génie Mécanique de l'Université de Bretagne Occidentale. Le diamètre du trou est de 13 mm. La figure ci-dessous représente les résultats de simulations du guide avec un trou au-dessus de celui-ci.

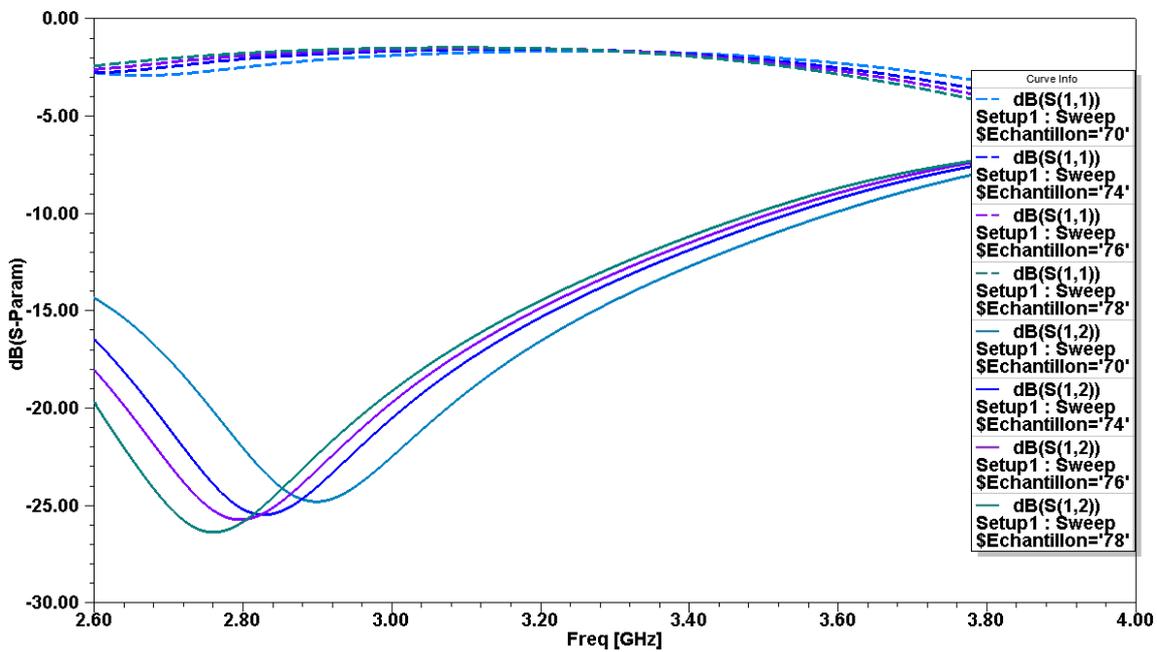


Figure III. 32: Coefficients des transmissions et des réflexions du guide d'onde WR284 avec ouverture au-dessus

Les résultats nous montrent de nouveau la relation entre la permittivité diélectrique et les paramètres S. Il y a un changement du niveau de la transmission. Nous remarquons par ailleurs l'influence de la discontinuité sur les paramètres 'S'.

b) Résultats de mesures du guide d'onde

Avant de commencer les mesures, il est toujours nécessaire de calibrer le système à travers trois étapes 'Thru, Reflect, Line'. Le montage de mesures est présenté dans les Figures III.33, III.34.

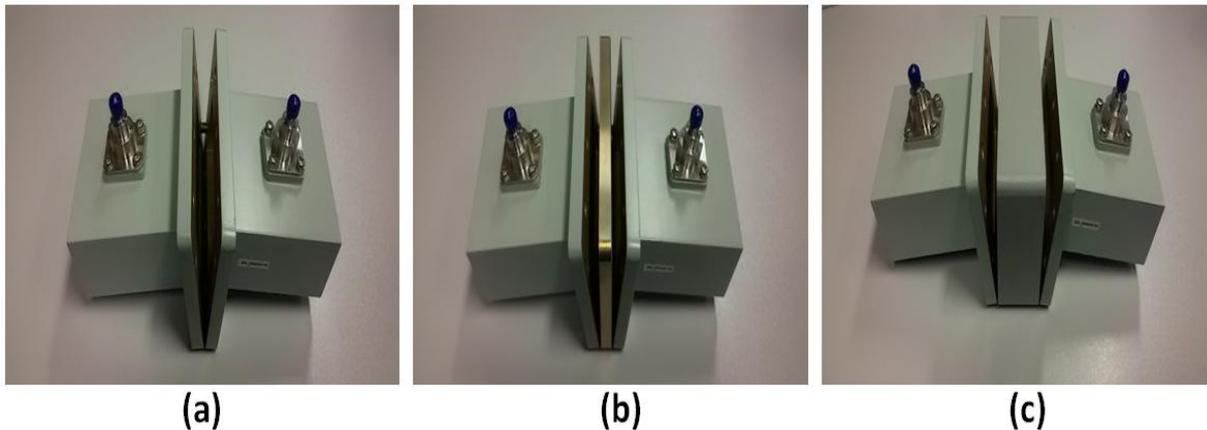


Figure III. 33: Principe d'étalonnage du guide d'onde WR284: (a) Thru (b) Reflect, (c) Line.

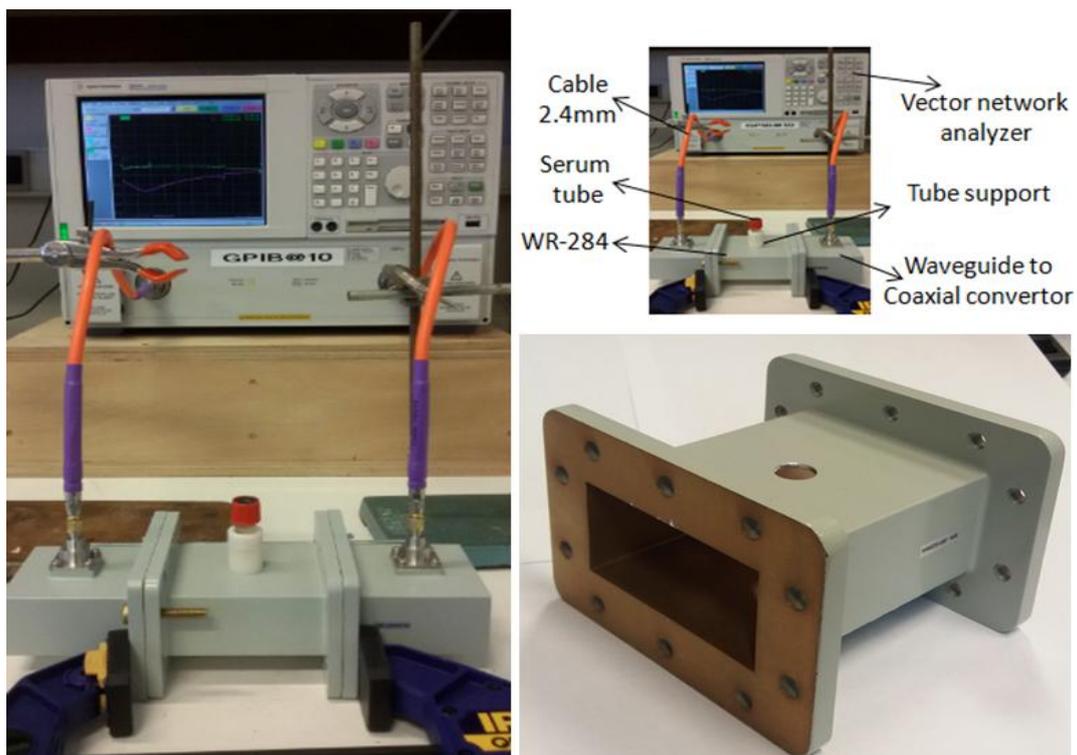


Figure III. 34: Montage de mesures du guide d'onde avec le tube de sérum.

Dans un premier temps, les paramètres-S pour le guide d'onde WR284 sans ouverture, avec ouverture sans tube et avec un tube vide sont mesurés. La Figure III.35 représente les réponses des différentes mesures.

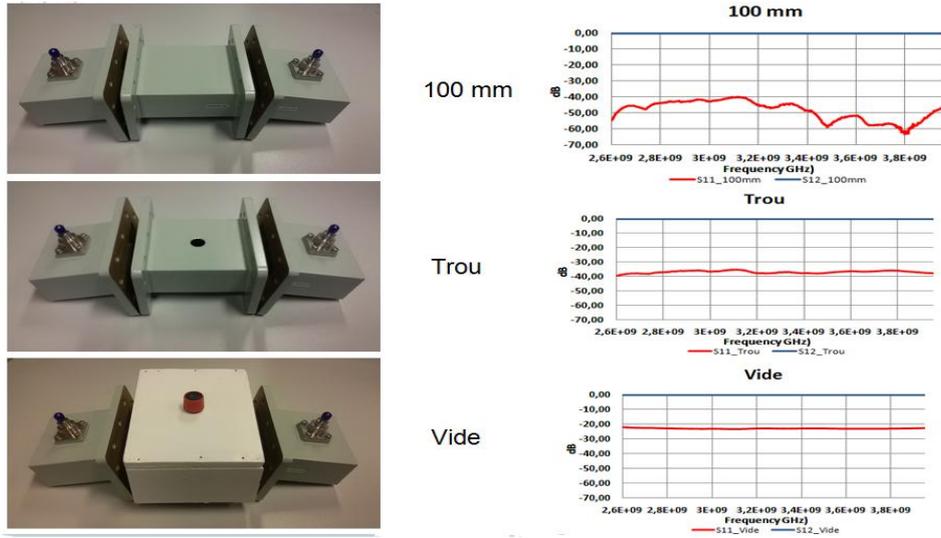


Figure III. 35: Coefficients des transmissions et des réflexions dans un guide WR284 sont mesurées: i) Guide sans ouverture, ii) avec un trou au dessus et iii) avec un tube vide placé au milieu.

Nous remarquons d’après la mesure du guide d’onde standard que l’étalonnage est bon. Lorsqu’il est percé le guide présente une discontinuité perceptible sur le paramètre S11. Lorsqu’un tube vide est placé au centre du trou, le paramètre S11 est à nouveau modifié. Par contre, Il n’y a pas de résonance due à l’effet du tube. Les résonances peuvent être observées uniquement lorsque nous rajoutons la solution de permittivité différente et sont par conséquent uniquement dues aux caractéristiques des solutions étudiées.

Concernant la référence à prendre, nous avons choisi l’eau désionisée, afin de comparer sa résonance avec celles des solutions aqueuses de glucose et ainsi déduire leurs concentrations. Dans ce cas, l’eau correspond à une solution de glucose de concentration nulle. La Figure III.35, montre les résultats de mesure et de simulation sous HFSS™ pour un tube rempli d’eau désionisée.

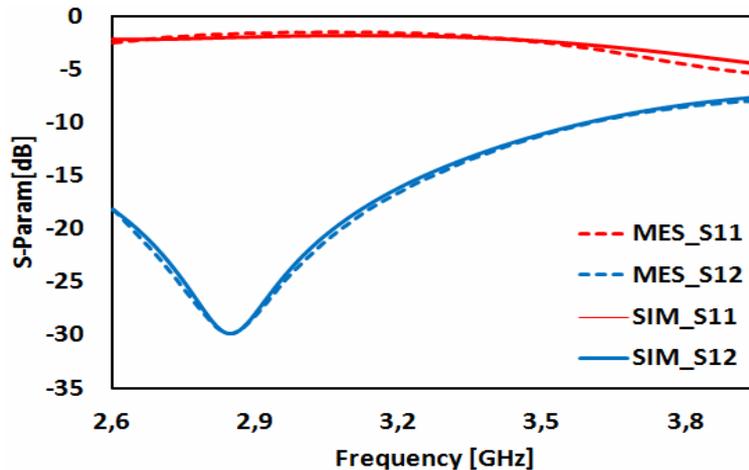


Figure III. 36: Résultats de simulation et de mesure du guide d’onde avec un tube rempli d’eau désionisée et placé au milieu du guide.

Cette figure montre la présence d'une fréquence de résonance à 2,85 GHz, qui donne des informations sur le liquide insérée dans le tube. D'autre part, la figure montre qu'il n'y a pas de différence significative entre la simulation et la mesure. L'étape suivante consiste à remplir le tube avec des solutions aqueuses de glucose de différentes concentrations.

Le glucose D(+) monohydrate en poudre (99.5%) a été dissout dans l'eau désionisée pour obtenir une solution aqueuse glucose/eau de différentes concentrations (Tableau III. 5).

Tableau III. 5: Tableau des concentrations glucose/eau.

Solution	Echantillon		Concentration	
	Weight (mg)	Volume (ml)	mmol/l	g/l
Glucose	100	25	50,461	10
	250	25	126,154	25
	500	25	252,308	50
	1000	25	504,617	100

Comme nous savons que les propriétés diélectriques des liquides sont liées à la structure moléculaire. Lorsque la concentration d'une solution change, la structure de la molécule change aussi. Cette modification peut être observée à partir des paramètres S. Nous présentons dans la figure suivante les résultats de mesures.

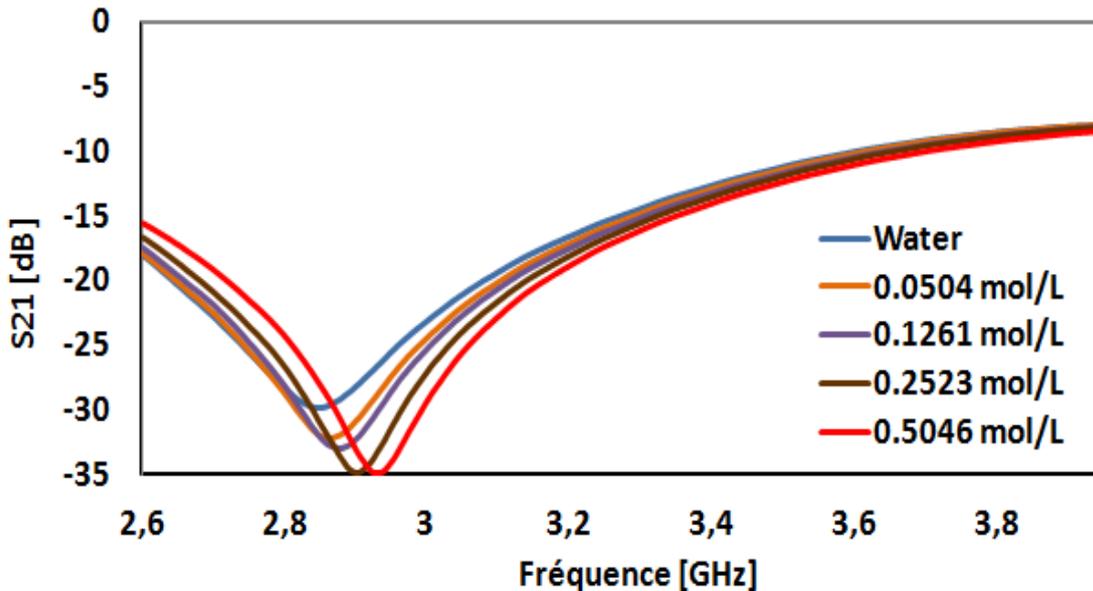


Figure III. 37: Les résultats de mesures des solutions aqueuses de glucose placées à l'intérieure du tube.

La Figure III.38 montre que les résultats des simulations électromagnétiques sont cohérents avec ceux de la mesure. D'après cette figure nous notons une signature spectrale spécifique à chaque concentration du glucose.

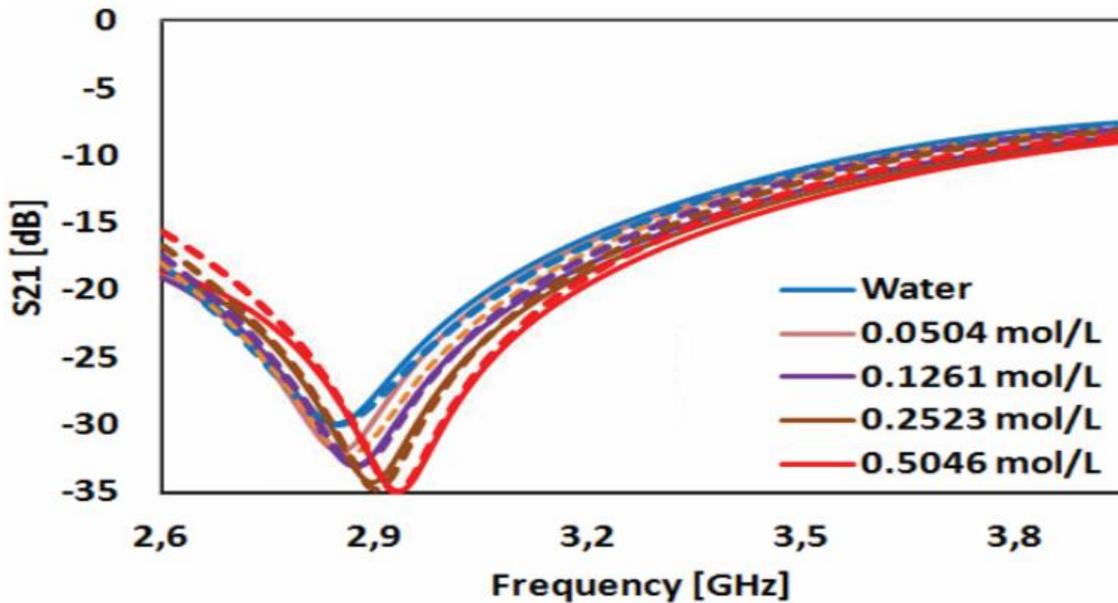


Figure III. 38: Les résultats de simulations et de mesures des solutions aqueuses de glucose placées à l'intérieure du tube.

Lorsque la concentration du glucose augmente, la viscosité du liquide augmente, puis les fréquences de résonance se déplacent vers les fréquences élevées avec une diminution de la perte d'insertion S_{21} [dB]. Ceci est dû à l'effet du champ électromagnétique sur la structure de chaque molécule. Ces paramètres permettent de fournir une nouvelle relation qui permet de déterminer la concentration en glucose des solutions aqueuses insérées dans le tube de sérum (cf. relation (E III.2)):

$$G_{i[\%]} = F(\text{Res}_i) \quad (\text{E III.2})$$

avec Res_i est la et la fréquence de résonance de la solution aqueuse i .

Pour valider la nouvelle fonction d'interpolation, il est nécessaire d'utiliser la grille d'erreur de Clarke. En effet, Clarke a développé une analyse de grille d'erreur qui décrit la précision clinique des systèmes d'auto-surveillance de la glycémie (SMBG) sur toute sa gamme [27]. La grille est divisée en cinq zones (A, B, C, D et E) de précision des estimations de glucose (voir Figure III.39).

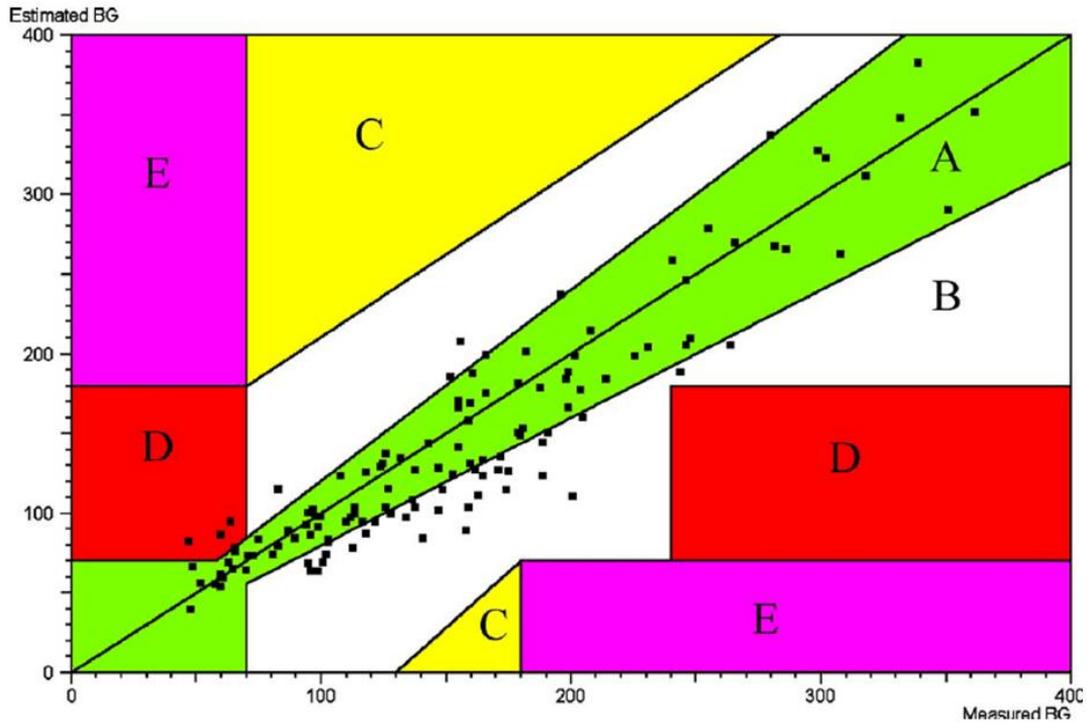


Figure III. 39: Grille d'erreur de Clarke [28].

Dans notre travail, seule la zone A est représentée. Elle représente des taux de glucose qui s'écartent de la référence de moins de 20%. Cette grille d'erreur est utilisée pour la mesure de la concentration du glucose dans le sang ainsi que la quantité du glucose dans l'eau désionisée [29].

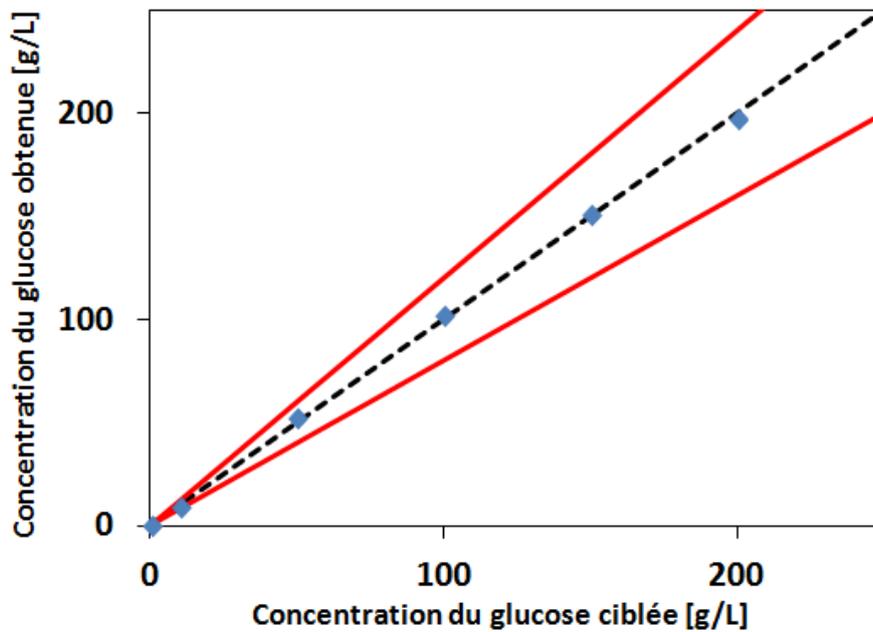


Figure III. 40: Concentration en glucose ciblée en fonction de celle obtenue g/L.

La grille d'erreur de Clarke de notre prévision de glucose est présentée dans la Figure III.40. L'axe x représente les concentrations réelles du glucose et l'axe y représente les valeurs estimées. La ligne diagonale (ligne pointillée) représente l'accord parfait entre les deux. L'espace entre les deux lignes rouges correspond à la zone A.

D'après la Figure III.40, nous remarquons que notre méthode donne des valeurs très précises de la concentration de glucose. Toutes les valeurs sont en effet incluses de la zone A.

3.4.5. Conclusion

Dans cette partie, nous avons présenté une nouvelle approche pour le développement de biocapteurs hyperfréquences basés sur la technologie volumique (guide d'onde) avec des tubes standards remplis d'une solution aqueuse de glucose pour en déterminer la concentration. Les résultats de simulation électromagnétique et de mesures obtenues sont en bon accord. En plus, la méthode que nous avons utilisée donne des valeurs précises de la concentration du glucose.

3.5. Conclusion

Ce chapitre a été consacré au développement des capteurs hyperfréquences pour étudier des solutions aqueuses de glucose afin de déterminer la concentration en glucose. L'originalité de ce travail consiste à utiliser des tubes standards tels que ceux utilisés au CHRU de Brest, remplis d'une solution aqueuse de glucose. Pour effectuer cette étude, deux technologies sont utilisées pour la conception des capteurs : la technologie planaire et la technologie volumique.

Au début de ce chapitre, nous avons défini la configuration technologique la mieux adaptée, les tubes ainsi que les liquides diélectriques utilisés pour réaliser l'accord. Nous avons présenté par la suite, l'accordabilité de la fréquence de résonance d'un stub quart d'onde avec un tube à essai positionné à son extrémité et rempli d'eau désionisée et de glucose à différentes concentrations.

La deuxième topologie utilisée est basée sur la technologie planaire. Il s'agit d'un stub double en circuit ouvert avec deux différents échantillons (tubes) positionnés aux extrémités. Ceci provoque l'effet DBR (Dual Behavior Resonator). Le premier tube (référence) est rempli d'eau désionisée. Le deuxième tube est rempli d'une solution aqueuse de glucose avec concentration donnée.

La dernière partie de ce chapitre est consacrée à la structure volumique d'un guide d'onde rectangulaire (WR284) avec des tubes standards remplis d'une solution aqueuse de glucose pour en détecter sa concentration. L'interaction entre le champ électromagnétique et la solution à mesurer a été observé en mesurant les variations des paramètres S entre 2 et 4 GHz. La méthode que nous avons utilisée donne des valeurs précises des concentrations de glucose déterminées.

.Les résultats de simulations électromagnétiques et de mesures obtenues pour les deux technologies (technologie planaire et technologie volumique) sont en bon accord. Des mesures seront faites pour les mêmes topologies avec des tubes remplis de sang humain total pour déterminer le taux de glycémie. Ces résultats seront présentés lors de la soutenance des ces travaux de thèse.

Bibliographie du chapitre III

- [1]. Les tubes VACUETTE® Sérum, Greiner Bio-One, www.gbo.com.
- [2]. B. Potelon et al., “Electromagnetic signature of glucose in aqueous solutions and human blood,” in MEMSWAVE Conference, France., pp. 7–4, 2014.
- [3]. Michel Aguet, Michel Ianoz, traité d’électricité, volume XXII, Haute tension, Livre, Deuxième édition 2001.
- [4]. Douglas C. Giancoli, Physique Générale 2, Electricité et Magnétisme, Livre, 1993.
- [5]. CHRU de Brest: Centre Hospitalier Regional Universitaire. <https://www.chu-brest.fr/fr>.
- [6]. C. Quendo , “Contribution à l’amélioration des performances des filtres planaires hyperfréquences. Proposition de nouvelles topologies et synthèses associées” Thèse de Doctorat en Electronique, Université de Bretagne Occidentale Brest, N° d’ordre 839, 2001.
- [7]. C. Quendo, E. Rius, C. Person “Narrow Bandpass Filters Using Dual-Behavior Resonators” IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques Vol. 51, pp 734-742, 2003.
- [8]. C. Quendo, E. Rius, C. Person “Narrow Bandpass Filters Using Dual-Behavior Resonators (DBRs) based on stepped impedance stubs and different-lengths stubs” IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques Vol. 52, pp 1034-1044, mars 2004.
- [9]. A. Manchec, Y. Clavet, C. Quendo, E. Rius, J-F. Favennec, et al., “Filtre Dual-Behavior Resonator (DBR) d’ordre 4 à couplages croisés”. 15èmes Journées Nationales Microondes, May 2007, Toulouse, France. pp.2.D.2, 2007.
- [10]. R. Zajicek, T. Smejkal, L. Oppl et J. Vrba "Waveguide probes for complex permittivity measurement" 14th Conference on Microwave Techniques, 2008.
- [11]. H. Esteban, J.M. Catal-Civera, S. Cogollos et V.E. Boria "Characterization of complex permittivity properties of materials in rectangular waveguides using a hybrid iterative method" IEEE Microwave and Guided Wave Letters, vol. 10, n°5, pp.186-188, mai 2000.
- [12]. M. Hofmann, G. Fischer, R. Weigel, and D. Kissinger, “Microwave-based noninvasive concentration measurements for biomedical applications,” IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 61, no. 5, pp. 2195–2204, 2013.

- [13]. O. Ogunlade, R. D. Pollard, and I. C. Hunter, "A new method of obtaining the permittivity of liquids using in-waveguide technique," *IEEE microwave and wireless components letters*, vol. 16, no. 6, pp. 363–365, 2006.
- [14]. K. Sarabandi, "A technique for dielectric measurement of cylindrical objects in a rectangular waveguide," *IEEE transactions on instrumentation and measurement*, vol. 43, no. 6, pp. 793–798, 1994.
- [15]. J. A. Ball and B. Horsfield, "Resolving ambiguity in broadband waveguide permittivity measurements on moist materials," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 47, no. 2, pp. 390–392, 1998.
- [16]. T. Baum, L. Thompson, and K. Ghorbani, "Complex dielectric measurements of forest fire ash at x-band frequencies," *IEEE Geoscience and Remote Sensing Letters*, vol. 8, no. 5, pp. 859–863, 2011.
- [17]. E. Piuzzi, G. Cannazza, A. Cataldo, S. Chicarella, E. De Benedetto, F. Frezza, S. Pisa, S. Prontera, and F. Timpani, "Measurement system for evaluating dielectric permittivity of granular materials in the 1.7–2.6-ghz band," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 65, no. 5, pp. 1051–1059, 2016
- [18]. A. Nishikata, "Scattering analysis for layered cylindrical object perpendicularly piercing the wider walls of a rectangular waveguide and its application to ϵ_r and μ_r measurement," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 57, no. 6, pp. 1602–1611, 2009.
- [19]. M. J. Akhtar and M. Thumm, "Measurement of complex permittivity of cylindrical objects in the e-plane of a rectangular waveguide," *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, vol. 51, no. 1, pp. 122–131, 2013.
- [20]. A. Nishikata, "A swept-frequency measurement of complex permittivity and complex permeability of a columnar specimen inserted in a rectangular waveguide," *IEEE transactions on microwave theory and techniques*, vol. 55, no. 7, pp. 1554–1567, 2007.
- [21]. E. Shaforost, N. Klein, S. Vitusevich, A. Barannik, and N. Cherpak, "High sensitivity microwave characterization of organic molecule solutions of nanoliter volume," *Applied physics letters*, vol. 94, no. 11, p. 112901, 2009.
- [22]. S. Kim, J. Kim, A. Babajanyan, K. Lee, and B. Friedman, "Noncontact characterization of glucose by a waveguide microwave probe," *Current Applied Physics*, vol. 9, no. 4, pp. 856–860, 2009
- [23]. A. Babajanyan, H. Melikyan, S. Kim, J. Kim, K. Lee, and B. Friedman, "Real-time noninvasive measurement of glucose concentration using a microwave biosensor," *Journal of Sensors*, vol. 2010, 2010.

- [24]. J. Kim, A. Babajanyan, A. Hovsepyan, K. Lee, and B. Friedman, "Microwave dielectric resonator biosensor for aqueous glucose solution," *Review of Scientific Instruments*, vol. 79, no. 8, p. 086107, 2008.
- [25]. K. Lee, A. Babajanyan, C. Kim, S. Kim, and B. Friedman, "Glucose aqueous solution sensing by a near-field microwave microprobe," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 148, no. 1, pp. 28–32, 2008.
- [26]. David M. Pozar, *Microwave Engineering, Fourth Edition*, Livre, 2011.
- [27]. W. L. Clarke et al., "Evaluating clinical accuracy of systems for self monitoring of blood glucose," *Diabetes care*, vol. 10, no. 5, pp. 622–628, 1987.
- [28]. G.S. Wilson, R. Gifford, *Biosensors for Real-Time in vivo Measurements*, *Biosensors & Bioelectronics* 20(12):2388-403, July 2005.
- [29]. T. Chretiennot, D. Dubuc, and K. Grenier, "Double stub resonant biosensor for glucose concentrations quantification of multiple aqueous solutions," in *2014 IEEE MTT-S International Microwave Symposium. (IMS2014)*, pp. 1–4, IEEE, 2014.

Conclusion générale & perspectives

Le biocapteur est devenu aujourd'hui très intéressant du fait de ses nombreuses applications dans divers domaines. Une des applications les plus importantes concerne la mesure de la concentration du glucose dans le sang humain. En effet, plus de 8 % de la population mondiale souffre de diabète. Nos travaux de recherche s'inscrivent dans le contexte général du développement d'un capteur microonde basé sur la détection hyperfréquence du taux de glucose dans des solutions aqueuses ; ceci sans contact et de façon rapide et fiable.

Nous avons tenu à décrire de manière non exhaustive les différents types de glucomètres utilisés au cours de la dernière décennie, ainsi que les méthodes usuelles pour le dosage du glucose dans le sang humain. Cela nous a aidés à mieux aborder la complexité du milieu et de la solution envisageable. Dans ce contexte, nous avons exploité l'interaction entre les ondes électromagnétiques hyperfréquences et les liquides biologiques afin de réaliser des biocapteurs à faible coût, qui soient sensibles, rapides et fiables. Nous avons présenté par la suite, un état de l'art des techniques hyperfréquences pour l'analyse des matériaux diélectriques ainsi que pour la détection de la concentration du glucose dans des solutions aqueuses. Nous avons fait par la même occasion une présentation générale sur les matériaux diélectriques et sur les phénomènes de relaxation et de polarisation associés, ainsi que sur les modèles empiriques permettant de décrire ces phénomènes.

Dans le chapitre II, nous avons tout d'abord défini les caractéristiques de la technologie basée sur une sonde coaxiale utilisée pour effectuer les mesures de la permittivité diélectrique des liquides étudiés. Nous avons ensuite analysé et étudié l'effet de la température sur les propriétés diélectriques et sur les structures moléculaires de l'eau et de la solution aqueuse de glucose. Un grand nombre de données expérimentales est obtenu à l'aide de mesures effectuées par la sonde coaxiale. Ces mesures nous ont permis avec d'autres données expérimentales obtenues grâce à la littérature de modéliser les solutions étudiées. Dans ce contexte, nous avons proposé deux modèles des permittivités diélectriques complexes, un pour l'eau en fonction de la température, et l'autre pour des solutions aqueuses de glucose en fonction de la température et de la concentration. Nous avons par la suite comparé les nouveaux modèles avec l'état de l'art et les nouvelles données expérimentales sur une large

bande de fréquence allant de 200 MHz jusqu'à 50 GHz et sur une large gamme de température arrivant jusqu'à 60°C.

De façon complémentaire, nous avons proposé deux modèles de la viscosité, un pour le glucose et un autre pour l'eau pure. Les valeurs calculées par le modèle du glucose coïncident avec les valeurs mesurées. D'autre part, les valeurs calculées par le modèle de la viscosité de l'eau coïncident avec les données expérimentales trouvées dans la littérature.

Dans la dernière partie de ce manuscrit, deux technologies sont utilisées pour la conception du capteur, la technologie planaire et la technologie volumique. L'originalité de ce travail consiste à utiliser des tubes standards tels que ceux utilisés au CHRU de Brest, remplis d'une solution aqueuse de glucose afin d'en déterminer la concentration.

Nous avons tout d'abord commencé par choisir la configuration technologique la mieux adaptée, les tubes à essai et les liquides diélectriques. Dans un premier temps, deux topologies planaires sont utilisées pour réaliser l'accord. Il s'agit d'une part stub simple et d'autre part stub double en circuit ouvert avec des tubes positionnés aux extrémités.

La dernière topologie utilisée est basée sur la technologie volumique. Il s'agit d'un guide d'onde rectangulaire (WR284) avec des tubes standards remplis d'une solution aqueuse de glucose pour en détecter la concentration. Afin de valider les résultats que nous avons obtenus à partir de la nouvelle fonction d'interpolation proposée, nous avons utilisé la grille d'erreur de Clarke. La méthode utilisée donne des valeurs très précises de la concentration de glucose. Ces mesures sont en effet incluses dans la zone d'acceptabilité.

Les résultats de simulations électromagnétiques et de mesures obtenues pour les trois topologies (stub quart d'onde, stub double et le guide d'onde WR284) sont en bon accord.

Comme indiqué dans le titre de cette thèse "Etude et réalisation de capteurs hyperfréquences : application à la détermination de la concentration en glucose". L'objectif était de regarder la signature électromagnétique d'un capteur microonde en fonction des caractéristiques physico-chimiques d'une solution aqueuse de glucose afin de déterminer la concentration. Comme nous l'avons évoqué dans les chapitres précédents que la sensibilité est un facteur très important dans la conception et dans le développement de tels biocapteurs.

Afin d'avoir une meilleure sensibilité des circuits hyperfréquences présentés dans le chapitre III, surtout dans la technologie planaire, il est nécessaire d'étudier les mêmes

topologies à une fréquence plus élevée pour laquelle la variation de la permittivité en fonction de la concentration en glucose devient plus importante. D'autres solutions consistent à changer les propriétés physiques et diélectriques du substrat utilisé, ou alors de percer le substrat aux extrémités du stub pour mieux placer les tubes et ainsi confiner une grande partie des champs électromagnétiques à l'intérieur tube.

Pour rappelle l'objectif de nos travaux de recherche à long terme, est de déterminer le taux de glycémie dans le sang humain de façon non invasive. Dans ce contexte, des mesures seront faits avec les mêmes topologies proposées dans ce manuscrit et des tubes remplis de sang humain pour en déterminer le taux de glycémie. Ces résultats de mesures en plus des résultats obtenus dans ce travail, nous permettront d'avoir des données additionnelles afin de se rapprocher de l'objectif à long terme de ces recherches.

Annexe A

Détermination de la permittivité complexe pour la méthode de transmission en espace libre

Le principe de la méthode en espace libre est basé sur la mesure des coefficients de réflexion et de transmission à l'aide d'un analyseur de réseaux vectoriel. La mesure consiste à placer l'échantillon à mesurer entre deux antennes, l'une pour la transmission et l'autre pour la réception. La Figure A.1 présente le schéma de la technique de mesure en espace libre.

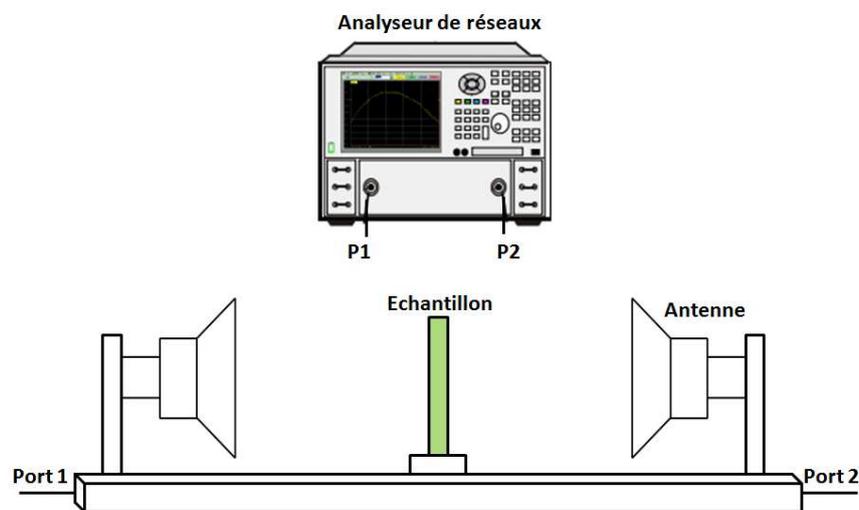


Figure A. 1: Schéma de mesure en espace libre.

La détermination de la permittivité et de la perméabilité complexes se fait à partir des paramètres S qui s'expriment en fonction des coefficients de réflexion et de transmission Γ et T selon les équations (E A.1) et (E A.2).

$$S_{11} = S_{22} = \rho \left[\frac{1 - \tau^2}{1 - \tau^2 \rho^2} \right] \quad (\text{E A.1})$$

$$S_{21} = S_{12} = \tau \left[\frac{1 - \rho^2}{1 - \tau^2 \rho^2} \right] \quad (\text{E A.2})$$

Avec ρ le coefficient de réflexion de la discontinuité air-matériau, et τ le coefficient de transmission le long de l'échantillon. Ces deux paramètres dépendent des caractéristiques du matériau sous test (cf. équation (E A.3)).

$$\rho = \frac{z-1}{z+1} = \frac{\sqrt{\frac{1}{\varepsilon_r}} - 1}{\sqrt{\frac{1}{\varepsilon_r}} + 1} \quad (\text{E A.3})$$

$$\tau = e^{-\gamma d} \quad (\text{E A.4})$$

où $z = 1/\sqrt{\varepsilon_r}$ et $\gamma = \gamma_0\sqrt{\varepsilon_r}$ sont respectivement l'impédance caractéristique normalisée et la constante de propagation de l'onde dans le matériau sous test. $\gamma_0 = 2\pi/\lambda_0$ avec λ_0 la longueur d'onde dans l'espace libre, d l'épaisseur du matériau sous test, et ε_r la permittivité relative complexe du matériau. [1-3].

$$\varepsilon_r = \varepsilon' - j\varepsilon'' = \frac{\gamma}{\gamma_0} \left(\frac{1-\Gamma}{1+\Gamma} \right) \quad (\text{E A.5})$$

Annexe B

Les caractéristiques de mesure de la technique de mesure en sonde coaxiale.

La sonde coaxiale (Agilent 85070^E open-ended coaxial probe) qui est classée comme une méthode de réflexion utilisée pour déterminer la permittivité diélectrique complexe dans la bande de fréquence allant de 200 MHz à 50 GHz. La Figure B.1 montre la structure de la sonde.



Figure B. 1: La sonde coaxiale 85070E [4].

Les propriétés de la méthode de la sonde coaxiale 85070^E

- Large bande de fréquence: de 200 MHz à 50GHz
- Convient pour les matériaux à forte perte: essentiellement les liquides et les semi-solides.
- La précision: de 1% à 10% environ dépendant de la taille de la sonde.
- Les données sont facilement partagées avec d'autres programmes basés sur Windows ou par l'interface "Component Object Model" (COM).
- Les résultats peuvent être visualisés sous différents formats: ϵ_r' , ϵ_r'' , tangente de perte, Cole-Cole.
- Calibration: Cette méthode nécessite une calibration du dispositif avant chaque mesure. La calibration est du type de 3 standards "Short-Open-Load".

La sonde 85070E est un system de mesure en réflexion qui contient trois différentes sondes: La sonde à haute température (High Temperature Probe), la sonde de forme mince (Slim probes) et la sonde de performance (Performance probe). La figure B.2 montre les trois sondes disponibles dans le kit N1501A. La sonde à haute température (a) est présentée avec

le bloc de court-circuit "short". Trois sondes minces (b) sont présentées avec le short et quelques autres accessoires. La sonde de performance (c) est présentée aussi avec le bloc de court-circuit "short".

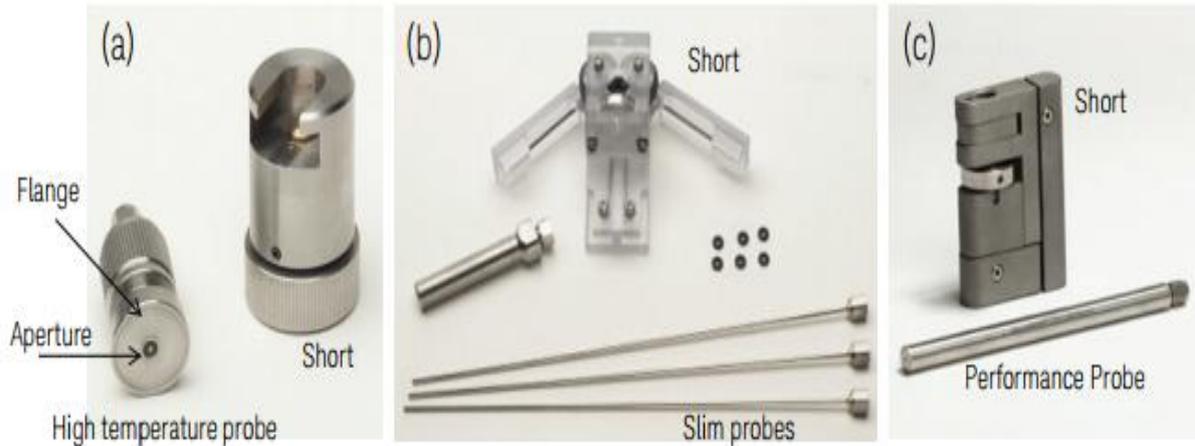


Figure B. 2: Les trois sondes disponibles dans le kit N1501A.

Nous présentons dans le tableau suivant, les performances garanties de ces trois probes sur une large bande de fréquence et sur une large gamme de température entre 0° et 55 °C :

Tableau B. 1: Les performances garanties de trois probes (La sonde de performance, la sonde de forme mince et la sonde à haute température) sur la gamme de la température entre 0° et 55 °C [4].

	La sonde de performance	La sonde de forme mince	La sonde à haute température
Bande de fréquence	200 MHz à 50 GHz	200 MHz à 50 GHz	200 MHz à 20 GHz
Range de la température	-40° à +200°C	0° à +125°C	-40° à +200°C
Longueur	140 mm	200 mm	35 mm
Connecteur	2.4 mm	2.4 mm	3.5 mm
Taille de l'échantillon	Insertion >5 mm and Autour de la sonde >1 mm	Insertion >5 mm and Autour de la sonde >5mm	Diamètre >20mm Épaisseur > $\frac{20}{\sqrt{ \epsilon_r }}$ mm Taille des granules <0.3mm

Dans nos travaux, nous avons choisi la sonde de performance pour effectuer les mesures des permittivités diélectriques. Cette sonde dispose de performances robustes, à haute température et en large bande de fréquence dans un design simple et mince. La sonde résiste à une large gamme de température de -40 °C à +200 °C ce qui permet de faire les mesures en fréquence et en température. La sonde peut être autoclavée, donc elle est parfaite pour les applications dans les industries alimentaires, médicales et chimiques où la

stérilisation est très importante. Le design mince et les conditions nécessaires de l'échantillon permettent de l'intégrer facilement dans des cuves de fermentation, des chambres de réaction chimique ou tout autre équipement avec des petites ouvertures. Dans la partie suivante, nous expliquons le phénomène de la calibration de cette sonde coaxiale.

Calibration de la sonde « kit performance probe »

Comme tous les appareils de mesures hyperfréquences, la sonde nécessite une calibration avant d'entamer les mesures. Pour l'étalonnage, nous avons utilisé un court-circuit, un circuit ouvert et de l'eau désionisée.

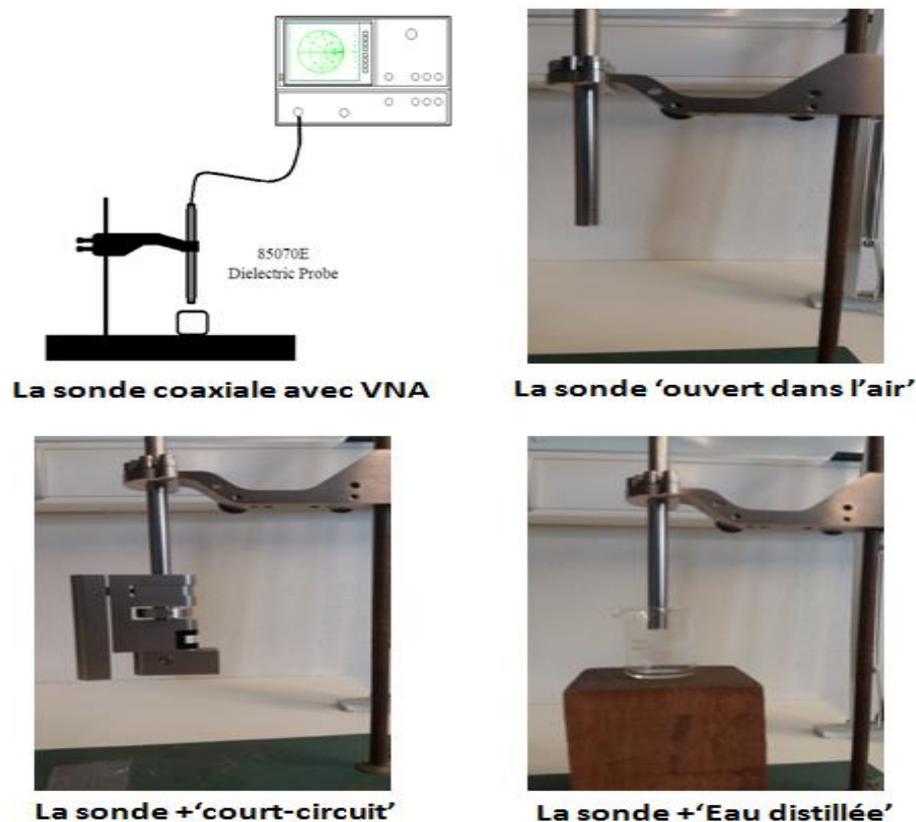


Figure B. 3: Procédure suivie pour la calibration de la sonde Agilent 85070E

Tout d'abord, il faut connecter l'analyseur de réseau vectoriel et sélectionner la calibration "Air / Short / Eau" pour la calibration avec les 3 standards "Ouvert dans l'air", "court-circuit" et "l'eau désionisée" (Figure B.3). Il est important que la sonde soit être complètement immergée dans la solution pendant la calibration (au moins 5 mm). Après la calibration, il faut effectuer la mesure de la permittivité diélectrique de l'air. Si le résultat est proche de la valeur $1.00 + j0.00$, la calibration est complétée. Sinon, il faut la refaire.

Annexe C

Capteur microonde à base de technologie volumique

Pour s'approcher du cas réalisable, nous avons modélisé le guide d'onde WR284, avec des trous parallèles sur les parois verticales (dessus et dessous-dessus) et deux trous parallèles sur les parois horizontales (voir Figure C.1). Dans cette partie, nous allons présenter les simulations électromagnétiques pour les deux topologies du guide d'onde : (a) deux trous au dessous-dessus sur les parois verticales, (b) deux trous sur les parois horizontales.

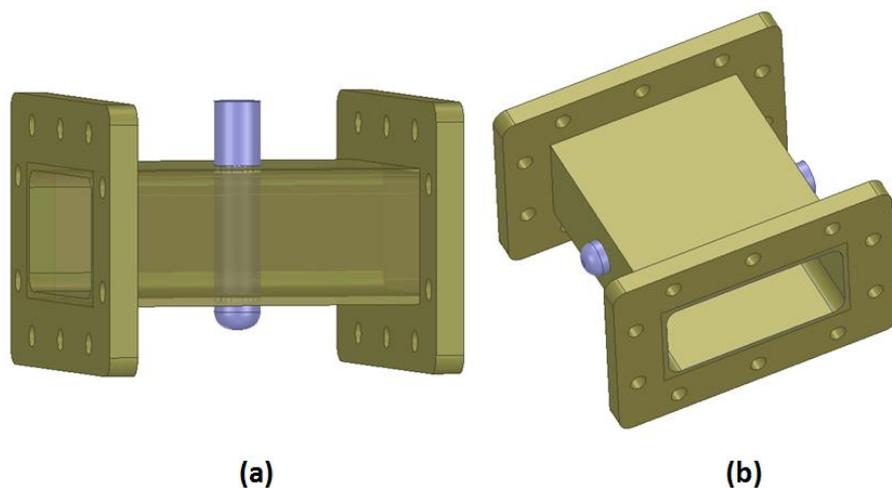


Figure C. 1: Structures de guides avec ouvertures: (a) au-dessus-dessous, (b) Horizontalement

De la même façon que précédemment, nous allons introduire un tube constitué d'un matériau de permittivité relative variable modélisant un tube à essai rempli de liquide. Nous présentons dans Les Figure C.2-C.3.

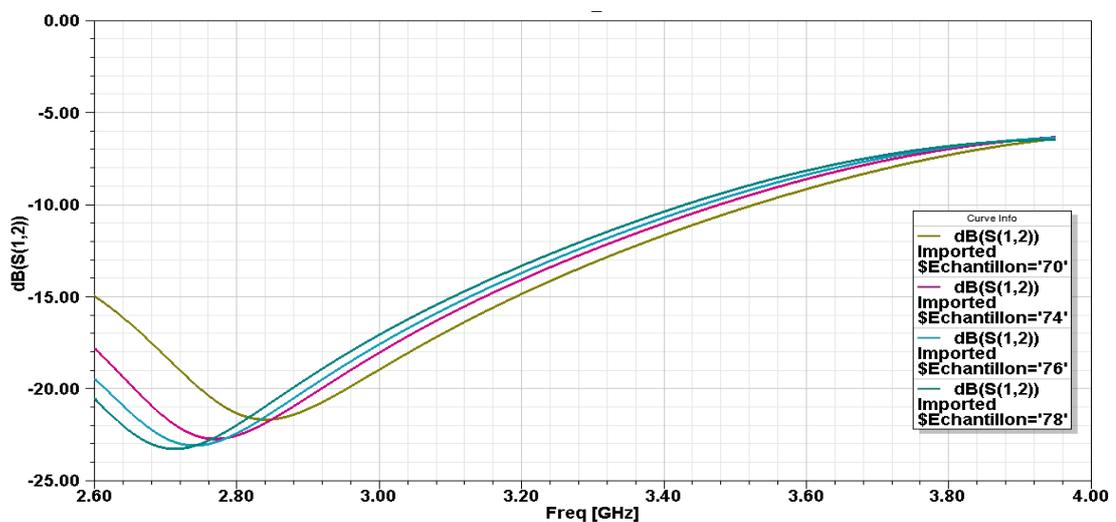


Figure C. 2: Coefficients des transmissions du guide d'onde WR284 avec ouverture au-dessus-dessous.

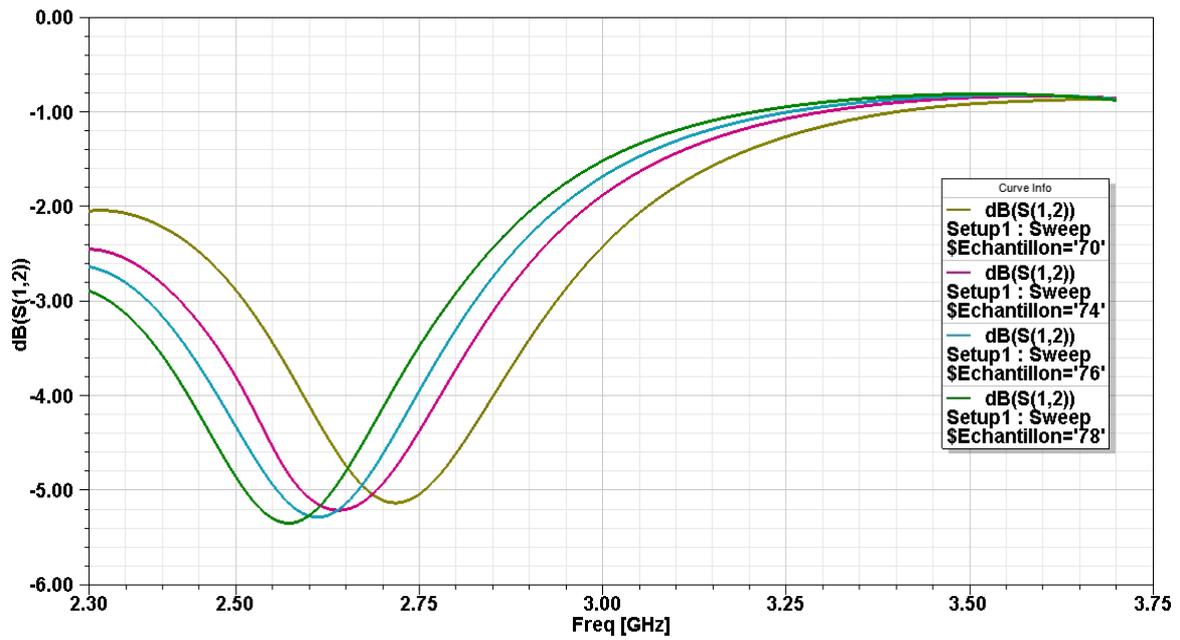


Figure C. 3: Coefficients des transmissions du guide d'onde WR284 avec ouverture à gauche et à droite.

Les résultats de simulations nous montrent de nouveau la relation entre la permittivité diélectrique situés dans le tube et les coefficients de transmissions.

Bibliographie des annexes

- [1]. Varadan V., Jose K. A. et Varadan V. K., "In Situ Microwave Characterization of Nonplanar Dielectric Objects", IEEE Transaction on Microwave Theory and Techniques, vol. 48, no. 3, March 2000.
- [2]. Ghodgaonkar D. K., Varadan V. V., and Varadan V. K., "Free-space measurement of complex permittivity and complex permeability of magnetic materials at microwave frequencies", IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 39, pp. 387–394, April 1990.
- [3]. Jose K. A., Varadan V. et Varadan V. K. "Wideband and nonconductor characterization of the complex permittivity of liquids", IEEE Microwave and Optical Technology Letters, vol. 30, no. 2, July 2001.
- [4]. Agilent 85070E, Keysight technologies, <http://www.keysight.com/agilent/85070e> dielectric probe kit 200 MHz to 50 GHz.

Etude et réalisation de capteurs hyperfréquences : application à la détermination de la concentration en glucose

Résumé

A l'heure actuelle, disposer de données fiables est une nécessité pour poser efficacement un diagnostic. L'une des voies pour obtenir des données précises, et de manière non-invasive est d'utiliser des capteurs électroniques RF. Ainsi cette catégorie de capteurs prend de l'importance, notamment pour les applications biomédicales. Parmi les paramètres biomédicaux les plus suivis, la mesure de la concentration du glucose dans le sang humain, ou glycémie, représente un besoin important tant d'un point de vue qualitatif que quantitatif. Malheureusement, la signature électromagnétique d'un échantillon de sang humain n'est pas liée exclusivement à la concentration de glucose, mais est également dépendante de nombreuses autres molécules ou substances présentes dans un milieu complexe tel que le sang.

Dans cette thèse, les travaux se sont orientés dans un premier temps vers la connaissance précise des propriétés diélectriques des solutions à base de glucose. En effet, une connaissance détaillée, associée à une modélisation précise des phénomènes sont extrêmement importantes pour fournir les informations nécessaires à la conception et la fabrication des capteurs. Aussi, une partie importante du travail s'est focalisée sur la description des phénomènes physiques rencontrés, et des modèles capables de représenter les solutions étudiées aux fréquences et températures désirées sont proposés. La seconde partie de cette thèse propose deux capteurs hyperfréquences basés sur deux technologies distinctes : une technologie planaire et une technologie volumique. L'originalité de ce travail consiste notamment à utiliser des tubes standards tels que ceux utilisés au CHRU de Brest, et remplis d'une solution aqueuse de glucose afin d'en déterminer la concentration.

Mots clés : Biocapteur, Hyperfréquence, Sang humain, Glucose, Eau désionisée, Permittivité, Viscosité, Température, Debye, Technologie microruban (Stub, DBR), Technologie volumique (Guide d'onde), Tube de sérum.

Study and realization of microwave sensors: application to the determination of the glucose concentration

Abstract

Today, having reliable data is compulsory for effective diagnosis. One of the ways to obtain accurate data, on a non-invasive way is to use electronic RF sensors. Thus, this category of sensors is gaining importance, especially for biomedical applications. Amongst biomedical parameters, measurement of concentration of glucose in human blood, represents an important need from both qualitative and quantitative points of view. Unfortunately, electromagnetic signature of human blood sample is not exclusively related to glucose concentration, but is also dependent on many other molecules or substances in a complex medium such as blood.

In this thesis, work has initially focused on the precise knowledge of the dielectric properties of glucose solutions. Indeed, a detailed knowledge, associated with a precise modeling of the phenomena are extremely important to provide the information necessary for the design and the manufacture of sensors. Also, a significant part of the work has focused on the description of the physical phenomena encountered, and models able to represent the solutions at the desired frequencies and temperatures are proposed. The second part of this thesis proposes two microwave sensors based on two distinct technologies: a planar technology and a waveguide technology. The originality of this work consists in the use of standard tubes such as those used at the Hospital of Brest (CHRU), and filled with an aqueous glucose solution to determine its concentration.

Keywords: Biosensor, Microwave, Human blood, Glucose, Deionized water, Permittivity, Viscosity, Temperature, Debye, Microstrip technology (Stub, DBR), Waveguide technology, Serum tube.