



**HAL**  
open science

# Conception de capteur électromagnétique dédié au suivi de données physiologiques et basé sur l'exploitation des propriétés ioniques et/ou dipolaires des matériaux

Odette Sandrine Bakam Nguenouho

## ► To cite this version:

Odette Sandrine Bakam Nguenouho. Conception de capteur électromagnétique dédié au suivi de données physiologiques et basé sur l'exploitation des propriétés ioniques et/ou dipolaires des matériaux. Electronique. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2022. Français. NNT : 2022BRES0015 . tel-03788422

**HAL Id: tel-03788422**

**<https://theses.hal.science/tel-03788422v1>**

Submitted on 26 Sep 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.

# THESE DE DOCTORAT DE

L'UNIVERSITE  
DE BRETAGNE OCCIDENTALE

ECOLE DOCTORALE N° 601  
*Mathématiques et Sciences et Technologies  
de l'Information et de la Communication*  
Spécialité : *Électronique*

Par

**Odette Sandrine BAKAM NGUENOUHO**

**Conception de capteur électromagnétique dédié au suivi de données  
physiologiques et basés sur l'exploitation des propriétés ioniques et/ou  
dipolaires des matériaux**

**Thèse présentée et soutenue à Brest, le 01 Février 2022**

**Unité de recherche: Lab-STICC UMR 6285**

## **Rapporteurs avant soutenance :**

Elodie RICHALOT      Professeur des Universités, Université Gustave Eiffel  
Amar ROUANE        Professeur des Universités, Université de Lorraine

## **Composition du Jury :**

Président :	Mathieu CHATRAS	Professeur des Universités, Université de Limoges
Examineurs :	Elodie RICHALOT Amar ROUANE Jessica BENEDICTO Alexis CHEVALIER	Professeur des Universités, Université Gustave Eiffel Professeur des Universités, Université de Lorraine Maître de Conférences, Université de Bretagne Occidentale Maître de Conférences, Université de Bretagne Occidentale
Dir. de thèse :	Benjamin POTELON	Maître de Conférences, HDR, Université de Bretagne Occidentale

## **Invité(s)**

Enrique BONCHALO	Professeur, Université Miguel Hernandez
Cédric QUENDO	Professeur des Universités, Université de Bretagne Occidentale
Bernard SIMON	Professeur des Universités, Université de Bretagne Occidentale



---

## Remerciements

---

*Pour être honnête, je me sens excitée et chanceuse d'avoir terminé cette thèse. Je ne peux oublier l'aide, les conseils, les suggestions de nombreuses personnes au cours de mon programme de doctorat.*

*Je voudrais vivement remercier Chatras Mathieu Professeur à l'Université de Limoges, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant la présidence du jury.*

*Je remercie vivement Mr Rouane Amar, Professeur à l'université de Lorraine et Mme Richalot Elodie, Professeur à l'université de Gustave Eiffel, pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de rapporter ce travail de thèse.*

*En outre, j'exprime ma profonde gratitude envers l'équipe qui a assuré l'encadrement et la direction de mes travaux, pour m'avoir donné l'opportunité de travailler sur un projet aussi intéressant et orienté vers les applications pratiques présenté dans cette thèse. Leurs supervisions et conseils continus ont été absolument déterminants dans l'achèvement réussi de ma thèse de doctorat.*

*Je remercie de tout cœur tous les membres du lab-STICC, qu'ils soient thésards, post-doctorants, mes collègues de bureau, personnels administratifs, ou techniciens, pour leurs suggestions, commentaires, bonne humeur et aides précieuses sur mon travail de recherche.*

*J'ai eu la chance d'avoir dans ma vie un groupe de personnes charmantes comme amis. Ils m'ont toujours inspiré et n'ont jamais manqué de me prêter main forte quand j'en avais besoin. Je voudrais profiter de cette occasion pour faire savoir à ces personnes spéciales qu'elles comptent beaucoup pour moi. J'exprime ma gratitude la plus sincère à Mme Christine Guerenne, à M. Aden Simplicité Bissila, à M. Joel Biyoghe, à M. Jackson Ekwa Priso, à Mlle. Leanne Johnson, à Dr Noor Hamdash, à Dr Sime Jacqueline, et à M. Leon Njoukua pour avoir été à mes côtés pendant une phase vraiment critique de ma vie de doctorante.*

*Enfin, et surtout, je reconnais sincèrement l'amour inconditionnel, le soutien sans faille, les encouragements et les sacrifices de ma mère et des membres de ma famille. Je dois des remerciements particuliers à mon mari Antoine Fodjo Simo et mes enfants : Je n'aurais pas pu le faire sans votre amour et compréhension. Je dédie cette thèse aux amours de ma vie qui restent les piliers de ma force, qui m'ont toujours incité à aller plus loin pour réaliser mes rêves et qui se dressent contre vents et marées pour s'assurer que je reste concentrée.*





---

# Table des Matières

---

Remerciements.....	3
Table des Matières .....	5
Tables des Figures.....	9
Tables des tableaux .....	13
Introduction générale .....	17
Reference bibliographique de l'introduction Générale.....	23
<b>Chapitre I : Contexte générale de l'étude</b> .....	29
<b>Partie 1 : Matériaux</b> .....	29
Introduction.....	29
1. Généralités .....	30
2. Permittivité diélectrique et mécanisme diélectrique .....	31
2.1 Permittivité et pertes diélectriques.....	31
2.2. Classification des divers phénomènes diélectriques .....	32
2.2.1. Polarisation Électronique .....	33
2.2.2. Polarisation atomique.....	33
2.2.3. Polarisation dipolaire .....	34
2.2.4 Conductivité de l'électrolyte.....	35
3. Techniques de mesure diélectriques .....	36
3.1. Méthode de la Sonde coaxiale .....	37
3.2. Conductimétrie.....	38
4. Modélisation fréquentielle de la permittivité diélectrique des liquides .....	40
4.1. Modèle de Debye (Appliqué à l'eau).....	40
4.2. Modèle de Cole-Cole .....	41
4.3. Influence de la température.....	44
4.4. Modèles existants – Cas de l'eau et du chlorure de sodium .....	45
4.4.1. Cas de l'eau déionisée.....	45
4.4.2. Cas du chlorure de sodium.....	48
<b>Partie 2 : Dispositifs et Capteurs</b> .....	50
Introduction.....	50
1. Définitions et généralités .....	51
2. Dispositifs micro-ondes : principes fondamentaux.....	52

2.1.	Capteurs basés sur des dispositifs en guide d'onde .....	53
2.1.1.	La ligne de transmission .....	53
2.1.2.	Méthode en guide d'ondes .....	54
3.	Capteurs planaires .....	55
3.1.	Capteurs planaires basés sur la fréquence centrale .....	57
3.2.	Capteurs planaires basés sur le facteur de qualité.....	58
	Conclusion .....	60
	<b>Références bibliographiques chapitre I</b> .....	63
	<b>Chapitre II : Caractérisation diélectrique des solutions aqueuses</b> .....	75
	Introduction .....	75
1.	Extraction des paramètres .....	76
2.	Modèles matériaux .....	78
2.1.	Systèmes binaires .....	78
2.1.1.	Solution de chlorure de sodium .....	78
A.	Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température constante .....	79
B.	Extraction des propriétés diélectriques .....	81
C.	Viscosité et conductivité ionique .....	82
D.	Comparaison avec les modèles existants .....	84
2.1.2.	Solution de sucrose .....	85
A.	Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température constante .....	87
B.	Extraction des propriétés diélectriques .....	88
C.	Comparaison avec les modèles existants .....	90
2.2.	Systèmes ternaires.....	91
2.2.1.	Interaction entre viscosité (Sucrose) et conductivité (NaCl) .....	91
2.2.2.	Préparation des mélanges.....	92
A.	Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température ambiante.....	92
B.	Extraction des propriétés diélectriques .....	94
2.2.3.	Modélisation du système ternaire. ....	98
2.2.4.	Méthodologie de détermination d'un couple de concentrations (à partir de la permittivité) 101	
2.3.	Liquide physiologique (Lactate de sodium).....	103
A.	Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température ambiante.....	104
B.	Extraction des propriétés diélectriques .....	105
C.	Modélisation polynomiale.....	108
	Conclusion .....	108
	<b>Références bibliographiques du chapitre II</b> .....	111
	<b>Chapitre III : Conception du capteur ; Principe de fonctionnement et modélisation</b> .....	117
	Introduction .....	117

1.	Technologies et généralités .....	118
1.1.	Choix de la technologie.....	118
1.2.	Identification des fréquences d'intérêt.....	119
2.	Etude théorique du résonateur SRR.....	120
3.	Topologie et Conception du capteur basé sur deux résonateurs SRR.....	122
3.1.	Théorie de base et principe d'exploitation du Capteur .....	122
3.2.	Structure et simulation du Capteur.....	125
3.2.1.	Présentation de deux résonateurs SRR couplés .....	125
3.2.2.	Capteur et porte-échantillon.....	127
3.2.3.	Simulation et optimisation du capteur avec un échantillon .....	128
4.	Approche électromagnétique du capteur (Impact des différents paramètres sur le capteur).....	129
4.1.	Influence de la largeur des couplages inter SRR .....	130
4.2.	Influence du porte-échantillon .....	131
4.3.	Influence de la position du système d'excitation .....	134
4.4.	Géométrie du SRR (Influence de la largeur des lignes ( $w$ ) et des fentes ( $g$ ) .....	136
4.5.	Choix des différentes caractéristiques/ Dimensionnement final de notre capteur. ....	139
5.	Modélisation du capteur .....	139
5.1.	Etude paramétrique du capteur .....	140
5.1.1.	Loi de variation en basse fréquence.....	140
5.1.2.	Lois de variations autour de la fréquence de résonance.....	143
	Conclusion .....	146
	<b>Références bibliographiques du chapitre III.....</b>	<b>147</b>
	<b>Chapitre IV : Evaluation expérimentale du Capteur .....</b>	<b>153</b>
	Introduction.....	153
1.	Fabrication du capteur.....	154
2.	Etude des mélanges ternaires .....	155
2.1.	Protocole expérimental et Résultats expérimentaux (mélange ternaire).....	155
2.2.	Extraction des concentrations des mélanges ternaires. ....	157
2.2.1.	Evaluation des erreurs .....	158
2.2.2.	Système d'équation et utilisation du modèle dérivée du capteur.....	159
3.	Etude du Lactate de sodium .....	162
3.1.	Préparation des échantillons.....	163
3.2.	Présentation du protocole de mesure .....	164
3.3.	Mesures expérimentales .....	165
3.3.1.	Influence de la concentration de lactate de sodium à température ambiante.....	165
3.3.2.	Influence de la température.....	167
3.4.	Modélisation paramétrique .....	170

3.4.1. Etude paramétrique .....	170
3.4.2. Détermination de la température et concentration du lactate de sodium .....	172
Conclusion .....	174
<b>Conclusion générale et perspectives .....</b>	<b>179</b>

---

## Tables des Figures

---

Figure I.1: Spectre électromagnétique .....	30
Figure I.2: Variation de la permittivité en fonction de la fréquence.....	32
Figure I.3: Dipôle électrique .....	34
Figure I.4: Classements des différentes techniques de mesure de permittivité diélectrique.....	37
Figure I.5:schématisation de la sonde coaxiale d'après (a) et photo de la sonde coaxiale et du court-circuit (b).....	38
Figure I.6:Méthode de mesure par conductimétrie .....	39
Figure I.7:La dispersion diélectrique illustrée en termes de variation des parties réelle ( $\epsilon'$ ) et imaginaire ( $\epsilon''$ ) de la permittivité.....	41
Figure I.8:Le diagramme d'Argand pour le modèle de debye (traits pleins) et Cole-Cole (pointillés). 43	
Figure I.9: molécule d'eau reliée de manière covalente à deux atomes d'hydrogène. ....	45
Figure I.10: Structure tétraédrique de l'eau par des liaisons hydrogène .....	46
Figure I.11:variation permittivité complexe de l'eau en fonction de la température.....	47
Figure I.12:Parties réelles et imaginaires de la permittivité en fonction de la fréquence d'une solution aqueuse de 0.1 mol/L de chlorure de sodium et 0.2 mol/L de chlorure de sodium respectivement. ...	49
Figure I.13:Schéma de principe d'un Capteur de liquide permettant d'obtenir, à partir de l'espèce à détecter dans un échantillon ; toute information utile à son évaluation.....	51
Figure I.14:adaptation d'une charge ZL a une source ZS utilisant une ligne de transmission d'impédance caractéristique Z1 .....	53
Figure I.15:Méthode des lignes de transmission.....	54
Figure I.16:Représentation physique de l'installation de mesure de guide d'onde rectangulaire .....	54
Figure I.17:Principe de fonctionnement d'un capteur microondes. ....	56
Figure I.18:Schéma descriptif des paramètres de performance des Capteurs planaires .....	56
Figure I.19:Exemples des formes d'échantillons tirés de la littérature .....	57
Figure I.20:schéma équivalent RLC en parallèle. Evolution de l'impédance d'entrée en.....	57
Figure II.1: Extraction des paramètres de Cole-Cole d'une solution aqueuse de NaCl (partie ionique (a) et dipolaire (b)) .....	77
Figure II. 2: Solvatation des ions en solution.....	79
Figure II.3:La réponse de la permittivité réelle et imaginaire du Chlorure de Sodium .....	80
Figure II.4: Variation des paramètres de Cole-Cole en fonction de la concentration du chlorure de sodium.....	81
Figure II.5:Variation de la Conductivité statique en fonction de la concentration de chlorure de sodium.....	83
Figure II.6:Comparaison des résultats entre la caractérisation large bande et la mesure en conductimétrie.....	83
Figure II.7:Variation de la viscosité dynamique en fonction de la concentration selon Chenlo .....	84
Figure II.8:Comparaison des données de la littérature et celle issue des mesures du chlorure de sodium .....	85
Figure II.9:Structure du Sucrose .....	86
Figure II.10:Phénomènes d'hydratation du sucrose dans l'eau déionisée .....	86
Figure II.11:évolution de la permittivité statique du sucrose en solution.....	87

Figure II.12: l'évolution en fonction de la concentration en sucre en solution des paramètres de Cole-Cole .....	89
Figure II.13: Viscosité du sucre à 293 K selon .....	90
Figure II.14: Comparaison données littérature et expérimentales .....	90
Figure II. 15: Préparation des solutions .....	92
Figure II.16: Mélanges ternaires .....	93
Figure II.17: variation en fonction de la concentration du chlorure de sodium et du sucre: de la permittivité statique (a) et de la permittivité infinie (b).....	95
Figure II.18: Variation du temps de relaxation en fonction de la concentration (a) et Variation du coefficient de dispersion en fonction de la concentration (b) .....	96
Figure II.19: Variation de la conductivité en fonction de la concentration de chlorure de sodium pour chaque concentration de sucre.....	97
Figure II.20: Viscosité dynamique mélange ternaire (eau-chlorure de sodium-sucrose) selon[12] .....	97
Figure II.21: Variation de la conductivité en fonction de la concentration du chlorure de sodium (a), sensibilité (b).....	98
Figure II.22: Variation de la conductivité en fonction de la concentration du chlorure de sodium (a) et sensibilité en fonction de la concentration du sucre (b) .....	99
Figure II.23: Variation de la permittivité à 7 GHz en fonction de la concentration du sucre .....	100
Figure II.24: Sensibilité en fonction de la concentration du chlorure de sodium .....	101
Figure II.25: modèle 3D de la conductivité en fonction des concentrations du chlorure de sodium et du sucre (a) ; modèle 3D de delta de la permittivité à 7 GHz en fonction des concentrations du chlorure de sodium et du sucre (b).....	102
Figure II.26: Molécule de lactate de sodium.....	103
Figure II.27: Permittivité complexe d'échantillons de lactate en solution : de faible concentration (a) et fort concentration (b). .....	104
Figure II.28: Evolution de la permittivité statique et infinie en fonction de la concentration en lactate. ....	105
Figure II.29: évolution du temps de relaxation et de sa dispersion en fonction de la concentration du lactate .....	106
Figure II.30: évolution de la conductivité mesurée issue des caractérisations large bande des spectres diélectriques .....	106
Figure II.31: Comparaison des contributions dipolaires.....	107
Figure III.1: $\Delta\epsilon'(f)$ , Différence maximale de la partie réelle de la permittivité en fonction de la fréquence.....	120
Figure III.2: quelques géométries de résonateur en boucle ouverte .....	120
Figure III.3: Géométrie du Résonateur à boucle ouvert (a); Circuit équivalent LC (b).....	121
Figure III.4: Circuit équivalent LC d'une structure d'un SRR .....	121
Figure III.5: schéma du résonateur symétrique en boucle ouverte. ....	123
Figure III.6: Circuit équivalent de deux SRR couplés électriquement .....	123
Figure III.7: Schéma équivalent LC du capteur.....	124
Figure III.8: Résonateur en boucle ouvert avec les ports d'excitation.....	125
Figure III.9: Champ électrique du résonateur à boucle ouvert(les cercles en pointillés indique les zones de forts champs électriques).....	126
Figure III.10: Paramètres S simulé du résonateur en boucle ouvert à vide en dB(S <sub>11</sub> ) trait pointillé et (S <sub>21</sub> ) trait pleine.....	126
Figure III.11: Capteur base sur deux SRR avec le port échantillon.....	127
Figure III.12: Paramètres S simulé du capteur à vide en dB(S <sub>11</sub> ) trait pointillé et (S <sub>21</sub> ) trait plein.....	128
Figure III.13: Paramètres S simulé du résonateur en boucle ouvert avec de l'eau en dB.....	129

Figure III.14: Variation paramètres S du résonateur avec l'échantillon de la solution aqueuse de sucrose (A2) .....	130
Figure III.15: Variation paramètre S du résonateur avec l'échantillon de la solution aqueuse de chlorure de sodium (B0) .....	131
Figure III.16: Illustration des 3 positions du récipient d'échantillon .....	132
Figure III.17: influence de la position du port échantillon sur la réponse électromagnétique: solution aqueuse de sucrose de différente concentration (A1 et A2).....	133
Figure III.18: influence de la position du port échantillon sur la réponse électromagnétique: solution aqueuse de chlorure de sodium de différente concentration (B0, C0 et D0) .....	133
Figure III.19: Illustration du positionnement des lignes d'excitations( révoir figure).....	134
Figure III.20: Simulation de paramètres S du résonateur avec l'échantillon de mélange ternaire (D1) en fonction des positions du système d'excitation.....	135
Figure III.21: Illustration de la géométrie du SRR et son influence sur $w$ et $g$ .....	136
Figure III.22: Simulation de paramètres S du résonateur avec l'échantillon de mélange ternaire (C3) en fonction largeur du metal $w$ . .....	137
Figure III.23: Simulation de paramètres S du résonateur avec l'échantillon de mélange ternaire(D1) et mélange binaires (A1 et C0) en fonction de la largeur des fentes $g$ . .....	138
Figure III.24: Dimensionnement du capteur réalisé après optimisation. ....	139
Figure III.25: Changement de la fréquence de résonance correspondant aux différents échantillons.	140
Figure III.26: (a) Ecarts du coefficient de réflexion ( $S_{11}$ ) par rapport à l'eau désionisée (liquide référence), en fonction de la concentration de chlorure de sodium et pour différent concentration de sucrose, (b) Variations de la sensibilité du $S_{11}$ en fonction de la concentration de sucrose.....	142
Figure III.27: Illustration du calcul de ratio de détection (SR).....	143
Figure III.28: (a) Déplacement du ratio de détection (SR) par rapport à l'eau désionisée (liquide référence), obtenu à différentes concentration de sucrose et de chlorure de sodium, (b) Variations de la sensibilité du SR en fonction de la concentration du chlorure de sodium .....	145
Figure IV.1: Capteur fabriqué(a) et Vue au microscope des valeurs dimensionnelles du capteur(b)	154
Figure IV.2: Vue de face port échantillon.....	154
Figure IV.3: Validation expérimentale du capteur fabriqué avec l'échantillon à mesurer .....	155
Figure IV.4: Spectres mesurés du paramètre de transmission du capteur micro-ondes pour différents échantillons .....	156
Figure IV.5: (a)Valeurs mesurées de la sensibilité de $ S_{11} $ (100 MHz) en fonction des concentrations de chlorure de sodium, pour différentes concentrations de sucrose (b) Variations de la sensibilité de $ S_{11} $ (100 MHz) en fonction de la concentration de sucrose .....	160
Figure IV.6: (a)Valeurs mesurées de SR en fonction des concentrations de sucrose, pour différentes concentrations de chlorure de sodium (b) Variations de la sensibilité du SR en fonction des concentrations de Chlorure de Sodium .....	161
Figure IV.7:Protocole expérimentale de préparation des échantillons .....	163
Figure IV.8: banc de test montrant (a) Schéma de la configuration de mesure, et (b) Capteur fabriqué à l'intérieur de la Chambre thermique .....	164
Figure IV.9: Réponse ( $S_{11}$ et $S_{21}$ ) du Capteur chargée des échantillon du Tableau IV.5 à différentes concentration de Lactate. ....	165
Figure IV.10: Variation base fréquence des coefficients de transmissions et réflexions (a) Variations haute fréquence sur le paramètre de transmission (b).....	167
Figure IV.11: mesure expérimentale du capteur à différent temperature : Capteur sans échantillon (a) et Capteur chargée d'échantillon de l'eau déionisée (b) .....	168
Figure IV.12: mesure expérimentale du capteur à différentes températures pour les échantillons du Tableau IV.6.....	169



Figure IV.13: Sensibilité basse fréquence du capteur: (a)Variation du coefficient de réflexion en fonction de la concentration du Lacate de sodium et en (b)Sensibilité croisée en fonction de la température.....	171
Figure IV.14: Sensibilité Haute fréquence du capteur : (a)Variation du coefficient de transmission en fonction de la concentration en Lacate de sodium et en (b)Sensibilité croisée en fonction de la température.....	172

---

## Tables des tableaux

---

Tableau I.1: Type de polarisation et déplacement des charges correspondant .....	33
Tableau I.2: Revue de littérature des capteurs de liquides micro-ondes de type résonnant classés. ....	58
Tableau I.3: Revue de littérature des capteurs planaires micro-ondes basés sur le facteur de qualité..	60
Tableau II.1: Paramètre de Cole-Cole de la solution aqueuse de chlorure de sodium.....	81
Tableau II.2: Paramètres de Cole-Cole du Sucrose .....	88
Tableau II.3: Paramètres extraits du modèle Cole-Cole pour les mélanges ternaires.....	94
Tableau II.4: Paramètre de Cole_Cole extraite de la modélisation large bande. ....	105
Tableau III.1: Facteurs importants pour la conception du capteur .....	119
Tableau III.2: dimension du SSR.....	125
Tableau III.3: Paramètres de détection pour chaque échantillon modélisé, extraits des simulations EM .....	141
Tableau III.4: Paramètres de détection pour chaque échantillon modélisé, extraits des simulations EM .....	144
Tableau IV.1: Paramètres de détection pour chaque échantillon, extraits des mesures EM.....	157
Tableau IV.2: Résumé des concentrations réelles et extraites et de leurs différences relatives .....	158
Tableau IV.3: erreur quadratique calculée .....	159
Tableau IV.4: Résumé des concentrations réelles et extraites en chlorure de sodium et de leurs différences relatives .....	162
Tableau IV.5: Préparation des échantillons de lactate .....	163
Tableau IV.6: Extraction paramétrique sur les paramètres S de mesure de la Figure IV.9 .....	166
Tableau IV.7: Paramètres de détection pour chaque échantillon de solution de lactate, extraits des mesures EM à différentes températures .....	170
Tableau IV. 8: Résumé des concentrations de lactate réelles et extraites et de leurs différences relatives à 15° .....	173
Tableau IV. 9: Résumé des concentrations de lactate réelles et extraites et de leurs différences relatives à 25° .....	173
Tableau IV. 10: Résumé des concentrations de lactate réelles et extraites et de leurs différences relatives à 35° .....	173



## **INTRODUCTION GENERALE**





---

## Introduction générale

---

Depuis quelques années, l'intérêt pour la connaissance des propriétés électriques des matériaux et l'analyse de leur composition structurale a connu une croissance explosive dans plusieurs domaines [1–3]. Pour la plupart des domaines, la détermination précise de la composition du matériau est hautement souhaitable pour le bon fonctionnement de tout système car elle est porteuse d'informations précieuses. Dans ce contexte, les capteurs sont les éléments générateurs de données et jouent un rôle utile. Ils permettent une caractérisation précise et sensible des propriétés diélectriques d'un échantillon. Cet intérêt s'explique par des intenses activités de recherche autour de la conception de capteurs, et notamment de capteurs destinés au suivi des concentrations des solutés dans les liquides [4–6].

Conventionnellement, le suivi des concentrations de composés dans les solutions peut s'appuyer sur plusieurs techniques de détection (chimiques, enzymatiques, optique et électriques) avec chaque méthode limitée à certaines fréquences, applications, matériaux, etc. Certaines descriptions générales de ces méthodes sont fournies dans la littérature [7,8]. Cependant, une attention particulière est actuellement consacrée aux capteurs radiofréquences (RF) en raison de la possibilité d'une détection simple et rapide, sans nécessité de marqueurs ou d'autres modifications, c'est-à-dire non destructive. Ils exploitent les phénomènes dérivés de l'interaction entre les ondes électromagnétiques et les médias. Les capteurs basés sur la radiofréquence (RF) ont été utilisés pour le suivi de divers composés, allant du contrôle de la température et de l'humidité à la caractérisation des fluides[9], en passant par le gaz [10,11], la détection de biomolécules [12] et la détection du glucose [13,14] en temps réel.

La détection du glucose est un sujet qui suscite un grand intérêt en raison de nombreuses applications dans les systèmes chimiques et biologiques. Le contrôle du niveau de glucose est un facteur clé pour la commercialisation des médicaments, des aliments, etc. De nombreux capteurs basés sur des techniques RF pour suivre le glucose ont été rapportés dans la littérature scientifique récente, qui se sont avérés prometteurs en raison de la capacité de pénétration des ondes électromagnétiques. Ces techniques reposent sur le fait que la concentration de l'échantillon dans une solution affecte les propriétés diélectriques de la

solution. Toute variation de ces propriétés diélectriques peut être détectée instantanément, ce qui ouvre la voie à la détection en temps réel. Certaines conceptions sont basées sur des mesures à large bande telles que les sondes coaxiales, l'espace libre et les guides d'ondes [15–17]. Ce type de mesure est généralement de grande taille et nécessite de grands échantillons pour obtenir des mesures fiables (généralement quelques centilitres), ce qui pourrait empêcher leur utilisation dans certains contextes difficiles.

En conséquence, les techniques utilisant des échantillons de faible volume suscitent l'attention, ce qui conduit à de nombreuses études axées sur les techniques de résonance planaire en raison de leur capacité à réaliser des mesures avec des échantillons relativement petits [18,19]. En plus du volume limité de liquide demandé (typiquement quelques microlitres), ces techniques résonantes planaires attirent l'attention grâce à leur compacité, leur faible coût et leur facilité de fabrication. En outre, les capteurs RF résonants présentent généralement des sensibilités plus élevées que les capteurs à large bande. Plusieurs topologies peuvent être trouvées pour les capteurs RF résonants planaires, du simple stub à des conceptions plus complexes telles que, par exemple, les résonateurs en anneau fendu (SRR). Ces derniers sont particulièrement adaptés pour des applications de détection car ils combinent la précision des grandes structures tout en étant miniaturisés et très sensibles. L'étude de ces structures est basée sur l'analyse des indicateurs caractéristiques (fréquence de résonance, facteur de qualité et paramètres S), qui varient, lorsque le capteur est en contact avec un échantillon de matériau, en fonction des caractéristiques diélectriques et géométriques du matériau même [20–23].

Ces dernières années ont trouvées dans la littérature plusieurs recherches scientifiques axées sur la conception de capteurs capables de suivre la concentration d'un composé donné dissous dans une solution ou un milieu complexe. Certains d'entre eux étudient ou donnent des indications sur les sensibilités croisées du paramètre suivi par rapport à d'autres paramètres tels que la température par exemple. Cependant, à notre connaissance, très peu d'articles traitent la conception de capteurs RF dédiés au suivi de plusieurs paramètres distincts avec un seul dispositif malgré l'intérêt majeur que cela peut représenter pour l'analyse de milieux complexes tels que ceux rencontrés dans de nombreuses applications.

Par ailleurs, une étude récemment publiée portant sur la détection du chlorure de sodium et du glucose a été proposée [24]. Dans cette étude, les auteurs présentent des résultats intéressants et prometteurs basés sur l'indication optique thermo-élastique visualisant la distribution du champ proche des micro-ondes pour des mélanges ternaires. Ainsi, ce travail s'appuie sur une technique hybride micro-ondes/optique.

Dans cette thèse, nous proposons d'étudier la conception d'un capteur unique basés sur des techniques de résonateurs destiné à déterminer les concentrations respectives de deux composés distincts dissous dans une solution aqueuse. L'objectif principal de ce travail est de fournir une preuve de faisabilité d'un tel capteur à double paramètre, ses capacités de détection étant exclusivement basées sur des mesures électriques. Les composés proposés pour être suivis sont tout d'abord, le chlorure de sodium et le sucre, qui modifient respectivement le comportement ionique et la relaxation dipolaire. Ensuite, le lactate de sodium qui est une molécule singulière possédant à la fois le caractère ionique en basse fréquence et dipolaire plus haut en fréquence. Ces différences intrinsèques, ainsi que le fait que ces substances sont largement utilisées et se retrouvent dans de nombreuses applications ont motivé nos choix. En effet, ces solutés (chlorure de sodium, sucre et lactate) jouent un rôle fondamental dans de nombreux processus chimiques dans une grande variété de domaines. Ces espèces interagissent lorsqu'elles sont mélangées dans une solution, il est donc primordial d'étudier ces interactions physiques et leur impact sur leurs signatures diélectriques respectives. Pour atteindre cet objectif, des caractérisations électromagnétiques directes ont été réalisées. La détection et la quantification précises des concentrations de sucre, de chlorure de sodium et de lactate dans l'eau avec une sensibilité, une sélectivité et une précision élevées sont donc d'un grand intérêt.

Pour atteindre ces objectifs, un plan constitué de quatre chapitres a été retenu. **Le premier chapitre**, consacré à une revue de la littérature, fournit une brève introduction à la théorie des propriétés diélectriques des matériaux en mettant l'accent sur les liquides, y compris les modèles permettant de décrire les propriétés diélectriques par les différents phénomènes de relaxation et de polarisation associés. Puis un état de l'art des différentes méthodes de caractérisation de matériaux à hautes fréquences en particulier la méthode de la sonde coaxiale et de conductimétrie est présentée. Ces méthodes sont décrites d'une façon permettant de distinguer leur principe de fonctionnement, les points forts et les points faibles. Ensuite un état de la bibliographie existante sur l'utilisation des systèmes hyperfréquences pour la mesure de liquides est établi en mettant l'accent sur les techniques de résonance, ce qui nous a permis d'orienter certains de nos choix ainsi que de pointer les performances clés à optimiser.

**Le deuxième chapitre** est dédié à la caractérisation et modélisation des matériaux. 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 sur des solutions



aqueuses de chlorure de sodium, de sucrose et de lactate 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.

**Le Troisième chapitre**, utilise les résultats du chapitre II pour la conception du capteur. Le capteur se concentre sur le résonateur planaire comme composant fondamental. plus précisément, des résonateurs microstrip à boucle ouverte. Les objectifs sont de caractériser le matériau et de déduire des lois de variation pour le suivi de la concentration des solutés en solution. Nous présentons, en premier lieu, une description générale de la théorie d'un résonateur SRR. Des études électromagnétiques et paramétriques sont présentées afin de détailler le principe de fonctionnement du résonateur. Les résultats des simulations et mesures préliminaires qui ont été faites sur les premières versions du capteur ont permis d'orienter des études complémentaires afin d'améliorer son fonctionnement. La partie suivante de ce chapitre est dédiée à l'évaluation des résultats de simulations, ces simulations permettent d'extraire les paramètres S. Ensuite, nous utilisons l'analyseur de réseaux vectoriels pour vérifier la faisabilité d'utiliser la structure proposée comme capteur. Enfin les performances en sensibilité du capteur réalisé en technologie planaire sont évaluées avec plusieurs types d'échantillon, et une discussion approfondie sur leurs sensibilités est fournie. Parmi les différents paramètres de détection, le ratio de détection (SR) est mis en évidence.

**Le dernier chapitre** détaille les résultats expérimentaux obtenus en solution aqueuse de chlorure de sodium-sucrose avec le capteur fabriqué. Les performances en sensibilité du capteur sont évaluées sur des solutions aqueuses de chlorure de sodium et de sucrose, puis avec des solutions de Lactate de sodium. Ensuite une étude expérimentale du Lactate de sodium en solution pour différentes températures est réalisée. Des modèles numériques sont déduits des différents résultats de mesure.

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

Introduction Générale	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mise en contexte</li> <li>• Problématique</li> <li>• Objectifs</li> </ul>
Etat de l'art Chapitre I	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Etat de l'art matériau</li> <li>• Etat de l'art Capteur</li> </ul>
Caractérisation et modélisation des matériaux Chapitre II	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Caractérisation et modélisation des solutions aqueuses de sucrose et de chlorure de sodium</li> <li>• Caractérisation et modélisation du lactate en solution</li> <li>• Déduction des modèles pour la gamme de concentration étudiée.</li> </ul>
Conception du Capteur Chapitre III	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Etude théorique du capteur</li> <li>• Analyse électromagnétique et paramétrique du capteur</li> <li>• Simulation et déduction du modèle numérique</li> </ul>
Evaluation expérimentale Chapitre IV	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Construction du capteur</li> <li>• Analyse phénoménologique des résultats de mesure des mélanges ternaires à température constante</li> <li>• Déduction des modèles numériques en fonction des concentrations</li> <li>• Analyse phénoménologique des résultats de mesure du lactate en solution en fonction de la température</li> </ul>
Conclusion et Perspectives	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Conclusion</li> <li>• Perspectives</li> </ul>



## Référence bibliographique de l'introduction Générale

1. S. O. Nelson; S. Trabelsi Dielectric Spectroscopy Measurements on Fruit, Meat, and Grain. *Trans. ASABE* **2008**, *51*, 1829–1834, doi:10.13031/2013.25298.
2. Mason, A.; Shaw, A.; Al-Shamma'a, A. A Co-Planar Microwave Sensor for Biomedical Applications. *Procedia Eng.* **2012**, *47*, 438–441, doi:10.1016/j.proeng.2012.09.178.
3. Joshi, K.H. DETERMINING THE QUALITY OF PASTEURISED AND HOMOGENISED COW MILK USING MICROWAVE SENSORS. 170.
4. Bababjanyan, A.; Melikyan, H.; Kim, S.; Kim, J.; Lee, K.; Friedman, B. Real-Time Noninvasive Measurement of Glucose Concentration Using a Microwave Biosensor. *J. Sens.* **2010**, *2010*, 1–7, doi:10.1155/2010/452163.
5. Ebrahimi, A.; Withayachumnankul, W.; Al-Sarawi, S.F.; Abbott, D. Microwave Microfluidic Sensor for Determination of Glucose Concentration in Water. In Proceedings of the 2015 IEEE 15th Mediterranean Microwave Symposium (MMS); IEEE: Lecce, Italy, November 2015; pp. 1–3.
6. Gennarelli, G.; Romeo, S.; Scarfi, M.R.; Soldovieri, F. A Microwave Resonant Sensor for Concentration Measurements of Liquid Solutions. *IEEE Sens. J.* **2013**, *13*, 1857–1864, doi:10.1109/JSEN.2013.2244035.
7. Krupka, J. Frequency Domain Complex Permittivity Measurements at Microwave Frequencies. *Meas. Sci. Technol.* **2006**, *17*, R55–R70, doi:10.1088/0957-0233/17/6/R01.
8. Gorst, A.; Zavyalova, K.; Shipilov, S.; Yakubov, V.; Mironchev, A. Microwave Method for Measuring Electrical Properties of the Materials. *Appl. Sci.* **2020**, *10*, 8936, doi:10.3390/app10248936.
9. Pinon, S.; Diedhiou, D.L.; Boukabache, A.; Conedera, V.; Bourrier, D.; Gue, A.-M.; Prigent, G.; Rius, E.; Quendo, C.; Potelon, B.; et al. Fabrication and Characterization of a Fully Integrated Biosensor Associating Microfluidic Device and RF Circuit. In Proceedings of the 2012 IEEE/MTT-S International Microwave Symposium Digest; June 2012; pp. 1–3.
10. Bogner, A.; Steiner, C.; Walter, S.; Kita, J.; Hagen, G.; Moos, R. Planar Microstrip Ring Resonators for Microwave-Based Gas Sensing: Design Aspects and Initial Transducers for Humidity and Ammonia Sensing. *Sensors* **2017**, *17*, 2422, doi:10.3390/s17102422.
11. Kim, B.-H.; Lee, Y.-J.; Lee, H.-J.; Hong, Y.; Yook, J.-G.; Chung, M.H.; Cho, W.; Choi, H.H. A Gas Sensor Using Double Split-Ring Resonator Coated with Conducting Polymer at Microwave Frequencies. In Proceedings of the IEEE SENSORS 2014 Proceedings; IEEE: Valencia, Spain, November 2014; pp. 1815–1818.
12. Deshours, F.; Alquié, G.; Tlili, M.; Rachedi, K.; Kokabi, H.; Koskas, F. Biocapteur résonnant microondes pour la caractérisation non invasive de tissus biologiques. 3.
13. Kim, N.-Y.; Adhikari, K.K.; Dhakal, R.; Chuluunbaatar, Z.; Wang, C.; Kim, E.-S. Rapid, Sensitive and Reusable Detection of Glucose by a Robust Radiofrequency Integrated Passive Device Biosensor Chip. *Sci. Rep.* **2015**, *5*, 7807, doi:10.1038/srep07807.
14. Juan, C.G.; Bronchalo, E.; Potelon, B.; Quendo, C.; Avila-Navarro, E.; Sabater-Navarro, J.M. Concentration Measurement of Microliter-Volume Water–Glucose Solutions Using  $Q$  Factor of Microwave Sensors. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **2019**, *68*, 2621–2634, doi:10.1109/TIM.2018.2866743.

15. S. O. Nelson DIELECTRIC PROPERTIES MEASUREMENT TECHNIQUES AND APPLICATIONS. *Trans. ASAE* **1999**, *42*, 523–529, doi:10.13031/2013.13385.
16. Blackham, D.V.; Pollard, R.D. An Improved Technique for Permittivity Measurements Using a Csaxial Probe. *7*.
17. Tereshchenko, O.V.; Buesink, F.J.K.; Leferink, F.B.J. An Overview of the Techniques for Measuring the Dielectric Properties of Materials. In Proceedings of the 2011 XXXth URSI General Assembly and Scientific Symposium; IEEE: Istanbul, August 2011; pp. 1–4.
18. Juan, C.G.; Bronchalo, E.; Potelon, B.; Quendo, C.; Avila-Navarro, E.; Sabater-Navarro, J.M. Concentration Measurement of Microliter-Volume Water–Glucose Solutions Using  $Q$  Factor of Microwave Sensors. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **2019**, *68*, 2621–2634, doi:10.1109/TIM.2018.2866743.
19. Ortoneda-Pedrola, M.; Korostynska, O.; Mason, A.; Al-Shamma'a, A.I. Real-Time Sensing of NaCl Solution Concentration at Microwave Frequencies Using Novel Ag Patterns Printed on Flexible Substrates. *J. Phys. Conf. Ser.* **2013**, *450*, 012016, doi:10.1088/1742-6596/450/1/012016.
20. Omer, A.E.; Shaker, G.; Safavi-Naeini, S. Portable Radar-Driven Microwave Sensor for Intermittent Glucose Levels Monitoring. *IEEE Sens. Lett.* **2020**, *4*, 1–4, doi:10.1109/LESENS.2020.2986208.
21. Chretiennot, T.; Dubuc, D.; Grenier, K. Microwave-Based Microfluidic Sensor for Non-Destructive and Quantitative Glucose Monitoring in Aqueous Solution. *Sensors* **2016**, *16*, 1733, doi:10.3390/s16101733.
22. Abedeen, Z.; Agarwal, P. Microwave Sensing Technique Based Label-Free and Real-Time Planar Glucose Analyzer Fabricated on FR4. *Sens. Actuators Phys.* **2018**, *279*, 132–139, doi:10.1016/j.sna.2018.06.011.
23. Schwerthoeffer, U.; Weigel, R.; Kissinger, D. A Highly Sensitive Glucose Biosensor Based on a Microstrip Ring Resonator. In Proceedings of the 2013 IEEE MTT-S International Microwave Workshop Series on RF and Wireless Technologies for Biomedical and Healthcare Applications (IMWS-BIO); IEEE: Singapore, Singapore, December 2013; pp. 1–3.
24. Baghdasaryan, Z.; Babajanyan, A.; Odabashyan, L.; Lee, J.-H.; Friedman, B.; Lee, K. Visualization of Microwave Near-Field Distribution in Sodium Chloride and Glucose Aqueous Solutions by a Thermo-Elastic Optical Indicator Microscope. *Sci. Rep.* **2021**, *11*, 2589, doi:10.1038/s41598-020-80328-8.

## CHAPITRE I

### CONTEXTE GENERAL DE L'ETUDE

Ce premier chapitre basé sur la littérature nous permet d'introduire les phénomènes physiques rencontrés dans les matériaux électriques soumis à des contraintes de champ électrique et de température, et en particulier les phénomènes dipolaires.

Tout d'abord, nous décrirons le spectre électromagnétique, les effets produits par ce dernier sur les matériaux. Cette bibliographie se concentre ensuite sur les bases physiques du mécanisme d'interaction électromagnétique des matériaux : nous parlerons des phénomènes de polarisation, des propriétés diélectriques des matériaux et des facteurs qui influencent la permittivité complexe. Pour terminer, après avoir présenté quelques techniques permettant la mesure des propriétés diélectriques des matériaux, nous présenterons les capteurs planaires basés sur la fréquence centrale et le facteur de qualité.



# Sommaire

<b>Chapitre I : Contexte générale de l'étude</b> .....	29
<b>Partie 1 : Matériaux</b> .....	29
Introduction .....	29
1. Généralités .....	30
2. Permittivité diélectrique et mécanisme diélectrique .....	31
2.1 Permittivité et pertes diélectriques .....	31
2.2. Classification des divers phénomènes diélectriques .....	32
2.2.1. Polarisation Électronique .....	33
2.2.2. Polarisation atomique.....	33
2.2.3. Polarisation dipolaire .....	34
2.2.4 Conductivité de l'électrolyte.....	35
3. Techniques de mesure diélectriques .....	36
3.1. Méthode de la Sonde coaxiale .....	37
3.2. Conductimétrie.....	38
4. Modélisation fréquentielle de la permittivité diélectrique des liquides .....	40
4.1. Modèle de Debye (Appliqué à l'eau).....	40
4.2. Modèle de Cole-Cole .....	41
4.3. Influence de la température.....	44
4.4. Modèles existants – Cas de l'eau et du chlorure de sodium .....	45
4.4.1. Cas de l'eau déionisée.....	45
4.4.2. Cas du chlorure de sodium.....	48
<b>Partie 2 : Dispositifs et Capteurs</b> .....	50
Introduction .....	50
1. Définitions et généralités .....	51
2. Dispositifs micro-ondes : principes fondamentaux.....	52
2.1. Capteurs basés sur des dispositifs en guide d'onde.....	53
2.1.1. La ligne de transmission .....	53
2.1.2. Méthode de guide d'ondes .....	54
3. Capteurs planaires.....	55
3.1. Capteurs planaires basés sur la fréquence centrale .....	57
3.2. Capteurs planaires basés sur le facteur de qualité.....	58
Conclusion .....	60
Références bibliographiques chapitre I.....	63





---

# Chapitre I : Contexte générale de l'étude

## Partie 1 : Matériaux

### Introduction

---

Les capteurs sont aujourd'hui omniprésents dans notre quotidien et ont considérablement évolué depuis leur origine jusqu'à ceux actuellement disponibles au niveau commercial. Ils ont connu une ascension fulgurante dans beaucoup de secteurs industriels, particulièrement alimentaires, pharmaceutiques et biomédicaux [1–4]. Dans ce cadre, une des applications les plus ciblées est la réalisation de capteurs pour l'analyse et la détermination des concentrations de solutés dans les liquides, qui fait l'objet de nombreuses publications [5,6]. Le suivi des concentrations des solutés en solutions peut s'appuyer sur plusieurs principes physiques tels que les réactions chimiques, les propriétés optiques, électriques ou électromagnétiques, pour n'en citer que quelques-uns. Les réactions chimiques (capteur chimique) sont généralement traitées grâce à des réactions physico-enzymatiques, qui nécessitent l'usage des échantillons à caractériser mais présentent des résolutions très élevées [7–11]. Parmi les solutions non destructives, les capteurs optiques ont fait l'objet de recherches intensives, mais elles reposent sur l'utilisation de récipients et/ou de solutions optiquement transparentes, ce qui peut être restrictif [12–15].

Le développement des capteurs basés sur les méthodes microondes précises pour la caractérisation diélectrique a récemment attiré l'attention grâce à leur caractère non invasif et leur capacité à fonctionner dans des milieux optiquement opaques. Ils permettent une caractérisation extrêmement précise et sensible des propriétés diélectriques des matériaux diélectriques en raison de leur forte interaction avec les champs électriques microondes. Ils sont axés sur le suivi de divers composés, allant du contrôle de la température et de l'humidité [16–18] à la caractérisation des fluides tels que par le pétrole ou le gaz [13,19,20], l'analyse des liquides et la détection du glucose [21–23].

Nos travaux se positionnent dans ce contexte de caractérisation des solutions aqueuses afin de réaliser des capteurs microondes permettant une caractérisation sensible de la polarisation diélectrique et des pertes électriques d'un échantillon. Par conséquent, une bonne

compréhension des propriétés électromagnétiques des matériaux et des techniques micro-ondes pour mesurer ses propriétés est importante.

Chaque matériau a des propriétés électromagnétiques caractéristiques, comme la permittivité, la conductivité électrique qui font ou ont fait l'objet de nombreuses études tant la connaissance de celles-ci est cruciale pour la conception des capteurs. Pour répondre à ce besoin croissant, différentes méthodes de caractérisation des matériaux ont été développées afin d'étudier les phénomènes d'interactions onde-matériau dans la gamme des ondes électromagnétiques. Cependant, chacune de ces techniques est utile pour certains types de matériaux et pour une certaine gamme de fréquences.

Ce chapitre est une revue de littérature d'un certain nombre de notions importantes sur les propriétés électromagnétiques des matériaux nécessaire pour la conception des capteurs. Nous présentons les relations qui les lient aux ondes électromagnétiques, leurs caractéristiques distinctives et détaillons les phénomènes physiques dont ils sont l'expression. Les différentes techniques de mesure large bande des propriétés électromagnétiques des matériaux sont présentées. Nous présentons par la même occasion un bref état de l'art sur les capteurs planaires pour la détection de la concentration des solutés en solution. Le dernier paragraphe est consacré à la présentation générale des principes fondamentaux des dispositifs radiofréquences planaires basés sur la fréquence de résonance et le facteur de qualité.

## 1. Généralités

Les fréquences électromagnétiques observables vont de 0 à  $10^{23}$  Hz, ce qui représente une plage allant du courant continu jusqu'aux rayons cosmiques comme présenté par la Figure I.1. Les micro-ondes font partie du spectre électromagnétique et se situent dans une zone de transition entre le rayonnement infrarouge et les radiofréquences. Ce sont des ondes électromagnétiques (EM) dont les fréquences sont comprises entre 300 MHz et 300 GHz et peuvent se propager à travers l'espace libre (à la vitesse de la lumière,  $c = 3 \times 10^8$  m / s) ou à travers les matériaux (à une vitesse plus lente) [24–27].

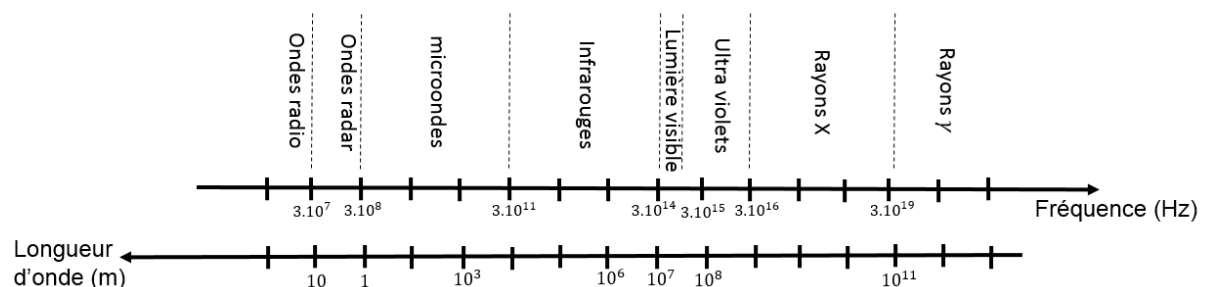


Figure I.1: Spectre électromagnétique

Chaque matériau possède un ensemble unique de caractéristiques électriques qui dépendent de ses propriétés diélectriques. La connaissance de ces propriétés peut être utilisée pour comprendre comment un matériau donné va réagir dans des circonstances spécifiques. La propriété généralement suivie par les capteurs micro-ondes est la permittivité.

Il est donc nécessaire de comprendre parfaitement les propriétés électriques et diélectriques du matériau pour concevoir des capteurs dédiés optimaux. Les propriétés électriques et diélectriques décrivent la capacité qu'ont les charges à se déplacer dans un milieu lorsqu'une force externe est appliquée. Les matériaux sont souvent classés en fonction de leurs propriétés diélectriques et peuvent être séparés en trois catégories différentes. Ils sont classés comme conducteurs, semi-conducteurs et isolants. On distingue généralement deux types de phénomènes : celui des charges liées (décrit par la permittivité diélectrique) et celui des charges libres (décrit par la conductivité électrique).

En considérant qu'un matériau peut avoir un comportement conducteur ou isolant (diélectrique), dans la suite, nous présenterons dans le détail ces phénomènes en fonction de la fréquence, en se focalisant surtout sur les aspects conducteur en basse fréquence et dipolaire en haute fréquence.

## **2. Permittivité diélectrique et mécanisme diélectrique**

### **2.1 Permittivité et pertes diélectriques**

La propagation du champ électromagnétique dans un espace quelconque est déterminée par deux paramètres constitutifs, à savoir la permittivité électrique  $\epsilon_r$  qui traduit la réaction du milieu face à une excitation électrique (E), et la perméabilité  $\mu_r$  qui décrit le comportement du matériau vis-à-vis d'une excitation magnétique (H) [28]. D'une manière générale, la permittivité est une propriété électrique caractéristique d'un milieu constitué d'atomes et de molécules. Dans la gamme de fréquences microondes, il est intéressant de voir que la permittivité subit des variations importantes et différentes pour les parties réelle et imaginaire de la permittivité. Elle est la somme de différentes polarisations. Elle dépend de la fréquence et varie suivant la position dans le matériau, la fréquence du champ appliqué, l'humidité, la température, et d'autres paramètres [1,29,30]. La Figure I.2 illustre le comportement fréquentiel de la permittivité pour un matériau diélectrique hypothétique suivant le type de polarisation [1].

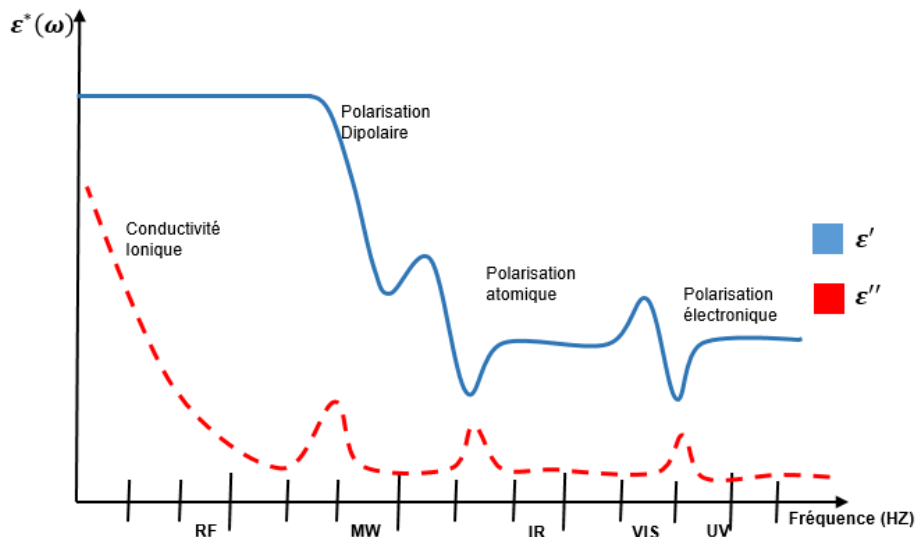
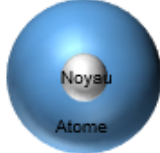
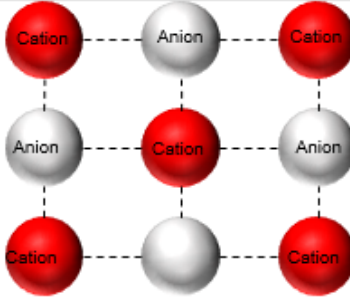
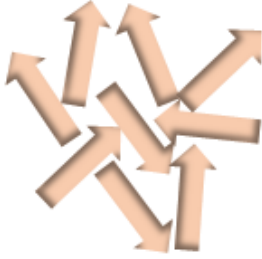
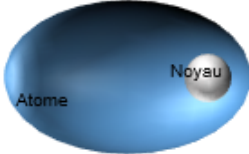
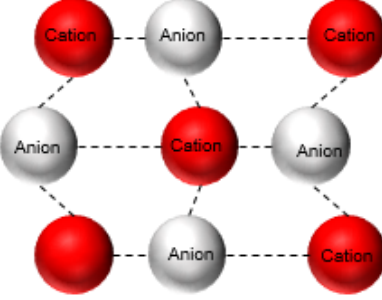
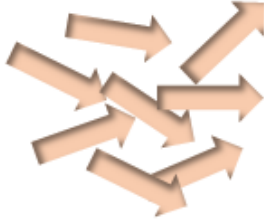


Figure I.2: Variation de la permittivité en fonction de la fréquence

## 2.2. Classification des divers phénomènes diélectriques

Lorsqu'un matériau est soumis à un champ électrique, une variété de mécanisme de polarisation se produit. La polarisation résultante de l'application d'un champ électrique dans un milieu peut avoir des origines variées, et les mécanismes de polarisation ne sont pas propres qu'aux matériaux possédant des charges liées. Dans une certaine mesure des charges libres dans un matériau peuvent aussi contribuer à la polarisation globale du matériau. En fonction de la fréquence d'excitation, on recense quatre mécanismes principaux de polarisation diélectrique contribuant à sa permittivité globale représentés schématiquement dans le Tableau I.1[31,32]. Chacun des mécanismes de polarisation est fonction de la fréquence du champ électrique appliqué comme représenté sur la Figure I.2.

Tableau I.1: Type de polarisation et déplacement des charges correspondant

	Electronique	Atomique	Dipolaire
$E = 0$			
$\vec{E} \neq 0$			

### 2.2.1. Polarisation Électronique

Il s'agit de la polarisation induite par le faible déplacement des nuages électroniques hors de la trajectoire d'équilibre par l'application d'un champ électrique constant ou alternatif. Le déplacement des électrons est un processus très rapide et dépend de l'intensité du champ appliqué de l'extérieur, et des forces d'attraction entre charges positives du noyau et charges négatives du nuage [6]. Ce déplacement crée un moment dipolaire qui est fonction de l'intensité du champ électrique. Vu la faible masse des électrons, ce type de polarisation s'établit en un temps très court (de l'ordre de  $10^{-15}$ s) [29]. La polarisation électronique se produit jusqu'aux fréquences ultraviolettes [29,33,34] et est présente dans tous les diélectriques [35].

### 2.2.2. Polarisation atomique

Elle est due au déplacement entre deux atomes appartenant à des molécules différentes en présence d'un champ dans des directions opposées, ce qui donne lieu à un moment dipolaire net. Les polarisations atomiques et électroniques ont beaucoup en commun mais, en raison de la masse beaucoup plus importante à déplacer, les fréquences de résonance de la polarisation atomique sont plus basses. Ce type de polarisation s'établit plus lentement que la

précédente (de l'ordre de  $10^{-13}s$ ) et intervient dans la bande infrarouge [29,33–35]. Ce type de polarisation se produit dans les solides et ne concerne pas les matériaux liquides.

### 2.2.3. Polarisation dipolaire

Les matériaux qui ne sont pas affectés de manière significative par les champs magnétiques sont appelés non magnétiques. On suppose généralement que les isolants sont non magnétiques et on les nomme diélectriques [1] puisqu'ils ne contiennent pas de charges libres susceptibles de se déplacer dans leurs structures [36,37]. Les matériaux diélectriques existent sous diverses formes (solide, liquide et gazeux) et peuvent être réduits à un dipôle électrique, une molécule ou un atome où les charges positives et les charges négatives ne coïncident pas. Elles sont séparées par une petite distance [38,39]. C'est l'existence de ce dipôle électrique qui est à l'origine d'une réponse particulière au champ électrique. La Figure I.3 ci-dessous présente un dipôle composé de deux charges [40].

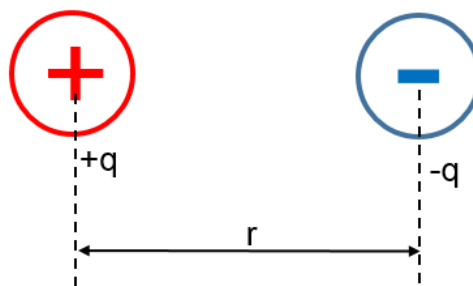


Figure I.3: Dipôle électrique

où  $r$  est la longueur du dipôle et  $q$  est la charge positive et négative.

En absence de champ extérieur, les moments dipolaires des différentes molécules sont orientés aléatoirement; la résultante est donc nulle. En présence d'une excitation, il y a une orientation privilégiée et la résultante n'est plus nulle [29]. La polarisation dipolaire ou d'orientation est donc l'indication d'un moment dipolaire permanent qui peut tourner librement. Cette polarisation dépend très fortement de la température ainsi que de la fréquence du champ appliqué et de la viscosité du milieu. La durée du phénomène de rotation ( $10^{-12}$  à  $10^{-10}$  s) correspond aux fréquences de la région micro-ondes ( $10^8$  et  $10^{11}$  Hz) et est toujours accompagnée par la polarisation électronique, et parfois par la polarisation atomique et ionique [35].

Outre son aspect diélectrique, tout matériau est également susceptible de contenir des charges libres capables de se déplacer sous l'effet d'un champ électrique. Dans la section suivante cette autre caractéristique des matériaux est présentée.

## 2.2.4 Conductivité de l'électrolyte

La conductivité électrique exprime l'aptitude d'un matériau à conduire le courant électrique. Cette aptitude du matériau à conduire l'électricité en réponse à un champ électrique est formalisée par la loi d'Ohm [41,42].

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \quad (I.1)$$

Où le coefficient  $\sigma$  représente la conductivité électrique du milieu exprimé en siemens par mètre (S/m),  $J$  est la densité de courant et  $E$  est le champ électrique appliqué au matériau.

La conductivité des électrolytes est une des composantes importantes de la réponse diélectrique des liquides. Dans un électrolyte, la conductivité est directement liée à la quantité totale de sels dissous présents dans la solution et est attribuée aux ions positifs et négatifs libres de se déplacer. La conductivité de l'électrolyte varie en fonction de la température et elle est reliée à la concentration. Plus les sels dissous sont nombreux, plus la conductivité de l'électrolyte est élevée. Par conséquent, la mesure de la conductivité fournit des informations sur la permittivité du matériau [1,41,43,44]. La conductivité électrique propre aux ions, appelée conductivité ionique est donc donnée comme suit :

$$\sigma_i = \lambda_i \cdot C_i \quad (I.2)$$

où  $C_i$  est la concentration en ion d'une solution aqueuse, et  $\lambda_i$  la conductivité molaire ionique. La valeur de la conductivité électrique d'une solution peut être calculée à partir de la conductivité molaire ionique comme suit : [45]

$$\sigma = \sum_i^N \lambda_i C_i \quad (I.3)$$

De tout ce qui a été dit, on en déduit qu'un des principaux paramètres qui va décrire l'aptitude d'un matériau à conduire le courant électrique est la mobilité des charges électriques présentes dans ce matériau.

La mobilité ionique représente la facilité avec laquelle un ion se déplace au sein du solvant sous l'influence d'un champ électrique. Lors de ce déplacement les molécules (Cation anion) en solution vont interagir avec les autres molécules de solvant mais aussi avec d'autres ions. Cette mobilité est inversement proportionnelle à la taille de l'ion considéré. Elle relie la vitesse moyenne d'un porteur de charge électrique du milieu au champ électrique. La mobilité s'exprime en fonction de la viscosité du matériau par la relation [27,45]:

$$\mu_{\text{ion}} = \frac{|q_i|}{k} \quad (I.4)$$



où le coefficient de friction peut être exprimé par  $k = 6\pi\eta r_i$ , avec  $r_i$  représentant le rayon de l'ion et  $\eta$  la viscosité [45–47].

La viscosité est une propriété caractéristique fondamentale de tous les liquides. Elle est définie comme le frottement qui se produit entre les molécules individuelles dans un liquide. Elle est responsable de la résistance à l'écoulement. La résistance est causée par les forces d'attraction entre les molécules en contact étroit et par la friction entre les chaînes moléculaires. Par conséquent, la viscosité n'est perceptible qu'en cas de mouvements dans le liquide. De nombreuses expériences ont montré qu'une solution à forte viscosité se déplace lentement parce que sa composition moléculaire lui confère une forte friction interne. Par contre une solution à faible viscosité se déplace rapidement car sa composition moléculaire entraîne une très faible friction lorsqu'elle est en mouvement. La viscosité est liée à la conductivité par l'expression qui suit [45]:

$$\sigma = \frac{f(C)}{\eta} \quad (1.5)$$

où  $f(C)$  est une fonction de la concentration en ion de la solution.

Nous avons décrit les phénomènes de polarisation et différencié la conduction de la polarisation. Les paragraphes suivants décrivent la technique de mesure large bande (pour la polarisation dipolaire) de la permittivité complexe et la technique conductimétrie (pour l'aspect conductivité ionique).

### 3. Techniques de mesure diélectriques

De nombreux liquides sont essentiels dans notre vie de tous les jours, parmi lesquels l'eau, les substances chimiques, les acides et les bases ou les produits pharmaceutiques. La qualité de ces liquides est déterminée par leurs propriétés physico-chimiques. La connaissance de ces propriétés est nécessaire pour comprendre comment celui-ci va réagir aux champs électromagnétiques et se comporter dans les circuits RF. Pour évaluer ces propriétés des matériaux (permittivité et conductivité), plusieurs techniques décrites dans la littérature ont été développées et le choix de la technique dépend de plusieurs facteurs. Les techniques les plus couramment utilisées pour mesurer les propriétés des matériaux peuvent être classées par type de réflexion ou de transmission, en utilisant des systèmes résonants ou non résonants, avec des structures ouvertes ou fermées et sont conçues pour fonctionner dans une gamme de fréquences micro-ondes spécifiques. Chaque méthode présente avantages et inconvénients. La Figure I.4 présente un résumé de ces techniques de mesure [36,48–51].

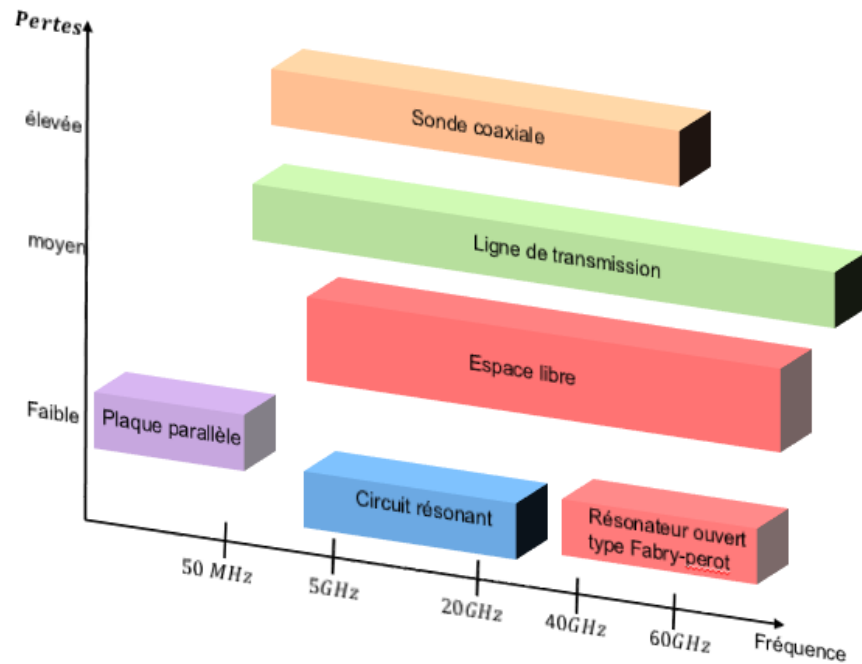


Figure I.4: Classements des différentes techniques de mesure de permittivité diélectrique

Les deux techniques de mesure des propriétés diélectriques des liquides utilisées dans ce travail sont le système de sonde coaxiale (détermine la permittivité) et la technique de la conductimétrie.

### 3.1. Méthode de la Sonde coaxiale

Bien que tous les types de lignes de transmission puissent être utilisés dans les méthodes en réflexion, on utilise surtout des lignes coaxiales et donc des sondes coaxiales. Les sondes coaxiales sont très fréquemment utilisées pour l'analyse non-invasive des liquides [52]. Cette popularité est due à la simplicité de mise en œuvre de tels dispositifs ainsi qu'à l'existence de solutions commerciales [53,54]. Les sondes de mesure sont spécialement conçues pour augmenter la précision et la sensibilité et pour répondre à des exigences particulières en préambule à la conception des capteurs. Il s'agit d'une méthode assez simple qui permet d'effectuer des mesures diélectriques large bande (0,1GHz à 110GHz) [52,55,56]. Elle est considérée comme non destructive [57], et est plus précise pour les liquides ou les semi-solides [33,41]. Dans sa forme simple, la sonde coaxiale à extrémité ouverte est une section coupée de la ligne de transmission, généralement montée dans un serre-joint pour assurer la facilité de préparation et manipulation de l'échantillon [1]. Une telle sonde est illustrée à la Figure I.5 [58].

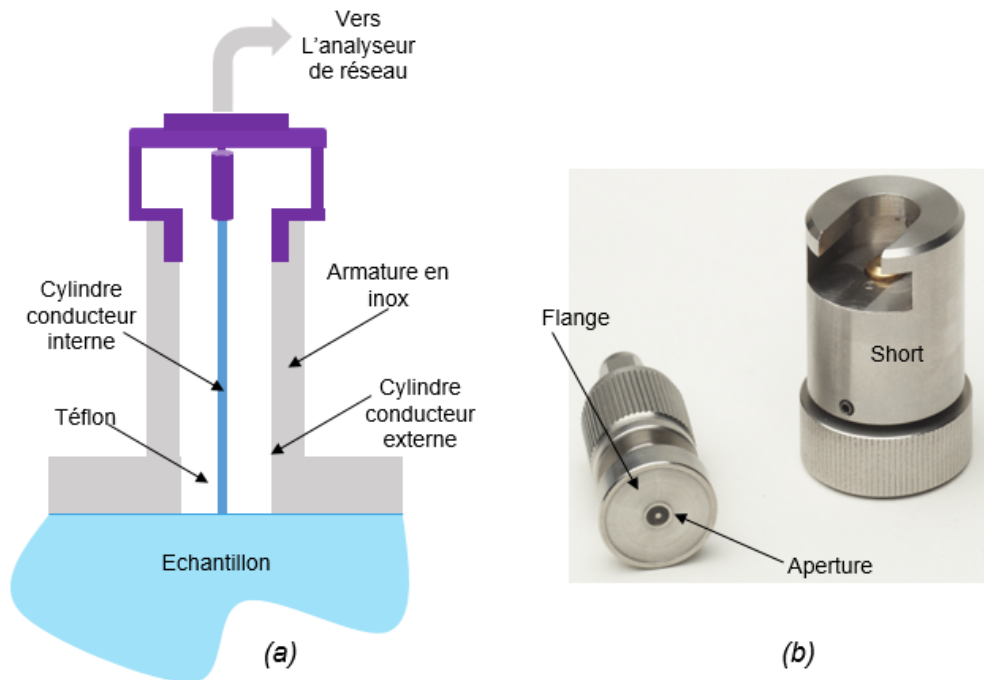


Figure 1.5: schématisation de la sonde coaxiale d'après (a) et photo de la sonde coaxiale et du court-circuit (b)

Un système de mesure typique utilisant la méthode de la sonde coaxiale comprend un analyseur de réseau vectoriel, une sonde coaxiale à extrémité ouverte et un logiciel. Une procédure d'étalonnage est nécessaire pour compenser les erreurs de mesures liées aux imperfections de la cellule et du câble de jonction [33]. On mesure le matériau en immergeant la sonde dans un échantillon liquide ou en posant la sonde en contact avec un échantillon solide [58,59]. Il faut être prudent avec cette méthode car elle présente plusieurs sources d'erreur, telles que la stabilité du câble et les espaces d'air dans le cas de solides ou les bulles d'air dans le cas de liquides [60,61]. L'échantillon à mesurer doit être suffisamment épais pour que le champ EM à l'extrémité de la sonde coaxiale soit confiné dans l'échantillon. Il est toujours conseillé de s'assurer qu'il n'y a pas de bulles d'air à l'interface entre la surface de la sonde coaxiale et l'échantillon car elles créent une transition de capacité et constituent donc une source d'erreur importante. Pour corriger les erreurs causées par le câble, une procédure d'étalonnage avec les trois standards (air, court-circuit et eau déionisée) est nécessaire [1]. Une fois calibrée avec les trois standards une mesure du coefficient de réflexion sur des échantillons connus est également effectuée afin de valider la procédure d'étalonnage.

### 3.2. Conductimétrie

Les propriétés conductrices des solutions et la notion de conductivité a été introduite dans la partie précédente. La conductimétrie est une technique de mesure des propriétés

conductrices d'une solution. Le principe de cette technique est fondé sur la mesure de la conductivité électrique de la solution en raison de la mobilité des cations et des anions vers les électrodes respectives, en immergeant dans la solution une cellule de mesure comprenant deux électrodes placées l'une en face de l'autre reliées à un générateur de tension (Figure I.6). Une fois la cellule plongée dans la solution, on fait varier la tension à ses bornes et on mesure l'intensité du courant qui la traverse. Cette technique s'appuie sur la loi d'Ohm. Avant d'effectuer une mesure, celui-ci doit être étalonné ce qui consiste à déterminer la constante de cellule grâce à l'étalon. L'étalonnage ou le contrôle de la cellule est généralement effectué en mesurant sa conductance pour un électrolyte (chlorure de potassium) de conductivité connue. Lorsqu'on connaît la constante de conductivité de la cellule, la conductivité d'un électrolyte quelconque peut être déterminée en mesurant la conductance de la cellule immergée dans cet électrolyte. Les mesures se font ensuite sous agitation en veillant à placer la cellule au centre du bécher [62,63]. Toutes les mesures sont répétées trois fois.



*Figure I.6: Méthode de mesure par conductimétrie*

Les avantages de la technique de conductimétrie sont nombreux : faible coût, simplicité d'utilisation, rapidité. En revanche, c'est une technique de mesure capable uniquement de distinguer la conductivité dans une solution [64,65].

Les composés proposés pour être suivis dans la suite de cette thèse sont le chlorure de sodium et le sucre, qui présentent respectivement un comportement ionique et une relaxation dipolaire. Raison pour laquelle on ne s'intéressera qu'aux fréquences inférieures à 50 GHz pour étudier ces deux comportements (Ioniques et dipolaires). Maintenant qu'on a mesuré les réponses des matériaux et identifié les phénomènes, on peut les modéliser afin de prédire leur comportement. Le paragraphe suivant propose des modèles existant dans la littérature pour prédire la permittivité complexe des matériaux.

## 4. Modélisation fréquentielle de la permittivité diélectrique des liquides

A chacun des mécanismes de polarisation présentés à la partie précédente peut être associée une constante de temps traduisant le temps de réponse à l'alignement des dipôles. Les processus de polarisation sont souvent caractérisés par une décroissance exponentielle avec un temps caractéristique  $\tau$ , et une dissipation d'énergie maximale à la fréquence de relaxation dans le cas de la polarisation dipolaire. Il s'agit d'un processus de relaxation. La relaxation diélectrique est souvent représentée comme une permittivité en fonction de la fréquence du champ appliqué. Le temps de relaxation  $\tau$  est une mesure de la mobilité des molécules (dipôles) qui existent dans un matériau. C'est le temps nécessaire aux dipôles pour revenir à une distribution aléatoire d'orientations. Dans la littérature, divers modèles sont utilisés pour décrire la permittivité en fonction de la fréquence [66]. Certains des modèles les plus largement utilisés vu leur degré de validité pour les différents matériaux étudiés sont décrits.

### 4.1. Modèle de Debye (Appliqué à l'eau)

La forme de la relaxation est donnée par le modèle dit de Debye qui constitue la base des modèles utilisés aujourd'hui et est la généralité des matériaux dipolaires (Debye, 1929) [67]. Cet auteur en s'inspirant des diélectriques simples (des liquides dipolaires), a introduit un modèle de relaxation comme moyen supplémentaire de caractérisation des matériaux diélectriques. Son modèle définit le délai de réponse d'un diélectrique à un champ électrique externe alternatif. La relaxation de Debye, apparaît quand la période de l'onde électromagnétique est comparable au temps nécessaire à l'alignement de la molécule. C'est le temps caractéristique d'une distribution d'électrons dans un diélectrique revenant à l'état d'équilibre, après qu'une perturbation ait été supprimée ; il est donc fonction de la polarisation du diélectrique [68].

En outre, Debye a proposé que la permittivité relative (équation (I.6)) à une fréquence donnée soit décrite par les paramètres suivants : la permittivité statique (à très basse fréquence),  $\epsilon_s$ , la permittivité diélectrique à haute fréquence,  $\epsilon_\infty$ , et le temps de relaxation du système,  $\tau$ .

$$\epsilon^*(\omega) = \epsilon'(\omega) - j\epsilon''(\omega) = \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + j\omega\tau} + \epsilon_\infty \quad (I.6)$$

L'équation ((I.6) peut être séparée en parties réelles et imaginaires [67,68] :

$$\epsilon'(\omega) = \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + \omega^2\tau^2} + \epsilon_\infty$$

$$\varepsilon''(\omega) = \omega\tau \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + \omega^2\tau^2} \quad (I.7)$$

Dans la figure suivante, on peut voir un modèle idéalisé de la partie réelle et imaginaire de la permittivité en fonction de la fréquence du Modèle de Debye.

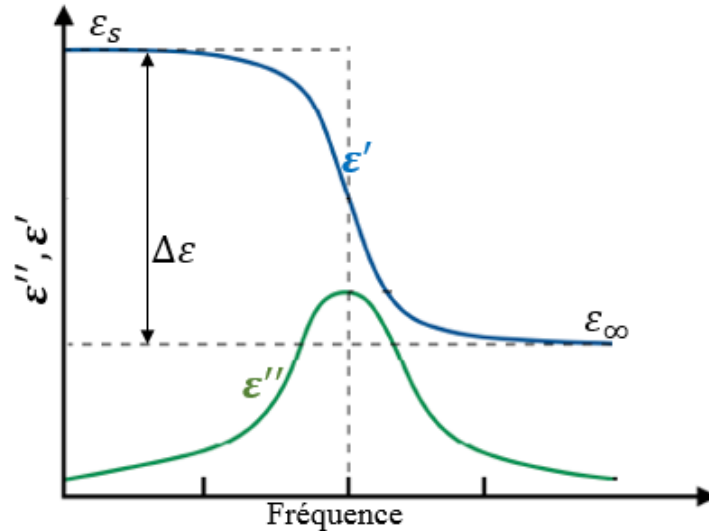


Figure I.7: La dispersion diélectrique illustrée en termes de variation des parties réelle ( $\varepsilon'$ ) et imaginaire ( $\varepsilon''$ ) de la permittivité

Cette figure montre une chute de la permittivité (partie réelle) et un pic de perte diélectrique (partie imaginaire). Les pertes diélectriques, représentées par  $\varepsilon''$ , atteignent un maximum dont la valeur est la moyenne entre la permittivité relative statique  $\varepsilon_s$  et la permittivité relative à haute fréquence  $\varepsilon_\infty$ . Ce maximum est atteint à la fréquence de relaxation  $f_r$ .

Le modèle classique de Debye a fréquemment été utilisé pour décrire la dispersion diélectrique lorsqu'un matériau est caractérisé par un seul temps de relaxation. Cependant, la plupart des matériaux ne montrent pas un comportement du type de Debye. Si le matériau présente une distribution des temps de relaxation, d'autres expressions empiriques de la réponse diélectrique ont été proposées. Le plus connu est le modèle classique de Cole-Cole, qui sera décrit ci-dessous [2].

## 4.2. Modèle de Cole-Cole

Bien que les équations de Debye pour la permittivité soient considérées comme l'un des progrès les plus significatifs dans le domaine du comportement diélectrique, les diélectriques polaires qui ont plus d'un temps de relaxation ne satisfont pas ce modèle. Le modèle de Cole-Cole est un modèle empirique qui découle du modèle de Debye [69]. Cole et Cole (1941) [70] ont réalisé des mesures de permittivité sur un grand nombre de liquides polaires et ils ont proposé une équation empirique pour la constante diélectrique complexe comme suit [71,72]:

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha}} \quad (I.8)$$

Où  $\tau$  est le temps de relaxation central de la distribution des temps de relaxation,  $\varepsilon_\infty$  est la permittivité diélectrique à hautes fréquences,  $\varepsilon_s$  la permittivité statique, et  $\alpha$  une constante empirique qui possède une valeur comprise entre 0 et 1 et permet d'ajuster la largeur de la dispersion. Ainsi lorsque  $\alpha = 0$ , il n'y a pas de dispersion et nous retrouvons le modèle de Debye et plus  $\alpha$  est proche de 1 plus la distribution de temps de relaxation est large [69] [4]. L'équation (I.8) s'écrit également:

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_\infty + (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \frac{1 + (\omega\tau)^{1-\alpha} \sin\left(\frac{1}{2}\alpha\pi\right)}{1 + 2(\omega\tau)^{1-\alpha} \sin\left(\frac{1}{2}\alpha\pi\right) + (\omega\tau)^{2(1-\alpha)}} \quad (I.9)$$

$$\varepsilon''(\omega) = (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \frac{(\omega\tau)^{1-\alpha} \cos\left(\frac{1}{2}\alpha\pi\right)}{1 + 2(\omega\tau)^{1-\alpha} \sin\left(\frac{1}{2}\alpha\pi\right) + (\omega\tau)^{2(1-\alpha)}}$$

L'équation de Cole-Cole correspond à une distribution symétrique des temps de relaxation, caractérisée par  $\alpha$ . Cole et Cole [70] ont proposé une représentation dans le plan complexe de la permittivité diélectrique. Un exemple d'un tel tracé est illustré à la Figure I.8. Dans cette représentation, la fréquence est un paramètre libre. La permittivité prédite par le modèle de Debye correspond à un demi-cercle centré sur l'axe réel dont le centre est au milieu de  $\varepsilon_\infty$  et  $\varepsilon_s$ . Ce type de représentation (diagramme d'Argand) permet de mettre distinctement en évidence le fait que le pic des pertes diélectriques est corrélé aux variations maximales de la permittivité [70,73,74].

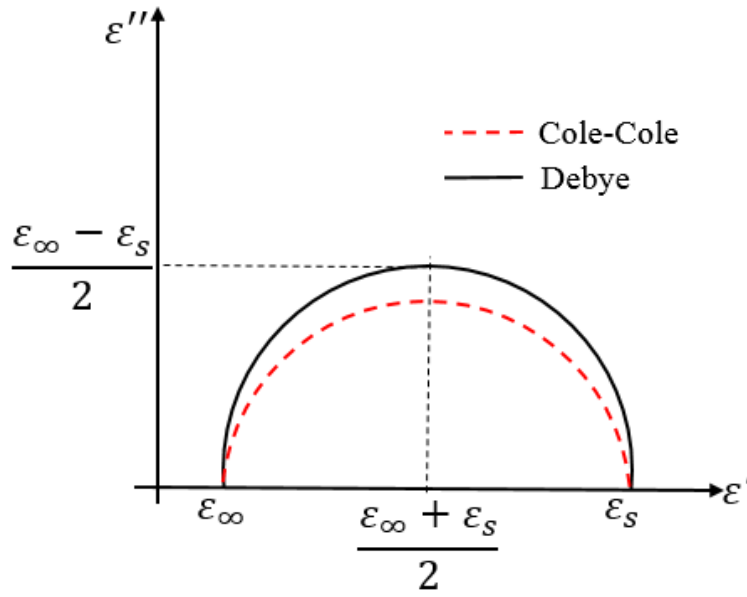


Figure 1.8: Le diagramme d'Argand pour le modèle de Debye (traits pleins) et Cole-Cole (pointillés).

Le modèle de Cole-Cole peut être utilisé pour décrire les liquides ioniques en ajoutant un terme de conductivité ionique. En l'effet l'équation (I.8) ne prend pas en compte la conductivité statique du milieu. Lorsqu'elle est prise en compte la permittivité complexe peut être séparée en termes de Cole-Cole et de conductivité, qui sont liés à la polarisation dipolaire de l'eau et au comportement électrolytique, respectivement, et qui s'écrivent comme suit [70,75]:

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + (j\omega\tau)^{1-\alpha}} - j \frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0} \quad (I.10)$$

L'introduction d'une conductance ionique  $\sigma$  dans les équations de Cole-Cole nécessite l'ajout d'un terme supplémentaire à droite de l'équation pour  $\varepsilon''$ . Ces équations s'écrivent alors :

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_\infty + (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \frac{1 + (\omega\tau)^{1-\alpha} \sin\left(\frac{1}{2}\alpha\pi\right)}{1 + 2(\omega\tau)^{1-\alpha} \sin\left(\frac{1}{2}\alpha\pi\right) + (\omega\tau)^{2(1-\alpha)}} \quad (I.11)$$

$$\varepsilon''(\omega) = (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \frac{(\omega\tau)^{1-\alpha} \cos\left(\frac{1}{2}\alpha\pi\right)}{1 + 2(\omega\tau)^{1-\alpha} \sin\left(\frac{1}{2}\alpha\pi\right) + (\omega\tau)^{2(1-\alpha)}} + \frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0}$$

Comme le montre l'équation (I.10), l'effet de la conductivité ionique sur le terme de perte est inversement proportionnel à la fréquence [1]. La conductivité ionique introduite peut être calculée en fonction de la température en utilisant l'équation dans [76].

Le modèle Cole-Cole est le plus couramment utilisé car il est représentatif d'un grand nombre et d'une grande variété de diélectriques.



### 4.3. Influence de la température

La température a une influence significative sur les propriétés diélectriques des matériaux. L'effet de la température sur des matériaux polaires est différente de celle sur des matériaux non polaires [29]. 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. Alors que dans les matériaux non polaires, un changement de température est associé à une baisse de la permittivité, en raison du changement de densité du matériau [26]. La dépendance des propriétés diélectriques à la température est donc complexe, elle peut augmenter ou diminuer en fonction du matériau pris en considération [29,77]. Pour des mesures plus fiables des propriétés diélectriques, un contrôle de ce paramètre doit être effectué.

En général, le facteur de perte augmente avec la température à basses fréquences en raison de la conductivité ionique et diminue avec la température à hautes fréquences en raison de la relaxation dipolaire de l'eau libre. Debye (1929) a relié le temps de relaxation à la viscosité du système et à la température. Le pic de perte diélectrique se produit au moment de la relaxation ou la fréquence critique, inversement liée au temps de relaxation est donné par [29]:

$$\tau = \frac{4\pi\eta a^3}{kT} \quad (I.12)$$

avec  $a$  le rayon de la molécule dipolaire sphérique,  $k$  constante de Boltzmann,  $T$  Température (en Kelvin) et  $\eta$  la viscosité du liquide. La présence de solutés peut également augmenter la viscosité de la solution finale. La viscosité d'une solution dépend non seulement de la température (voir équation (I.12) selon l'expression d'Arrhenius [29,34,77], de la pression, mais aussi du type et de la composition du matériau, et peut changer avec le temps.

$$\eta = A \exp\left(\frac{E_a}{kT}\right) \quad (I.13)$$

Avec  $A$  facteur de fréquence, et  $E_a$  Energie d'activation (en J.mol<sup>-1</sup>).

À des températures inférieures au point d'ébullition la viscosité du liquide varie avec l'inverse de la température, comme le décrit le modèle (équation (I.13)). Les forces de viscosité sont de plus sensibles aux variations de température de sorte que la mobilité l'est aussi. La conductivité qui est reliée à la concentration ainsi qu'à la nature des ions dissous varie aussi en fonction de la température [6], [11], [12]. La température est par conséquent un facteur important influant sur la permittivité diélectrique du milieu [29]. Il est donc nécessaire

de prendre en compte l'effet de la viscosité, la conductivité et la mobilité des ions en solution sur le liquide en fonction de sa concentration et en fonction de la température dans les différents modèles qui feront l'objet de notre étude.

Nous avons vu qu'il existe un très grand nombre de modèles pour décrire les phénomènes de polarisation et de conduction pouvant exister. Ces modèles sont d'une grande utilité pour décrire les réponses électriques et diélectriques en fréquence. D'autres modèles, de nature empirique ou semi empirique, permettent de modéliser avec succès les propriétés diélectriques à très haute fréquence et la conductivité. Ceux-ci seront traités dans le paragraphe suivant ainsi que leur dépendance à la température.

#### 4.4. Modèles existants – Cas de l'eau et du chlorure de sodium

Dans cette partie des modèles existants de permittivité complexe des solutions aqueuses à caractère dipolaire (Eau) et des solutions aqueuses à caractère ionique (chlorure de sodium) comprises dans la littérature sont introduites. Nous nous sommes intéressés dans cette étude, à l'analyse phénoménologique de la molécule de l'eau déionisée dans un premier temps. 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.

##### 4.4.1. Cas de l'eau déionisée

L'eau à l'état liquide est importante en tant que solvant, soluté et réactif. L'eau est une molécule constituée d'un atome d'oxygène relié de manière covalente à deux atomes d'hydrogène, dont la géométrie est donnée dans la Figure I.9. Sa formule chimique est  $H_2O$  et peut être représentée de différentes manières. Pour un chimiste, le choix le plus utile est la représentation de Lewis [78], où chaque atome d'hydrogène partage ainsi avec l'atome d'oxygène une paire d'électrons liés entre eux par une liaison covalente (liaison atomique).

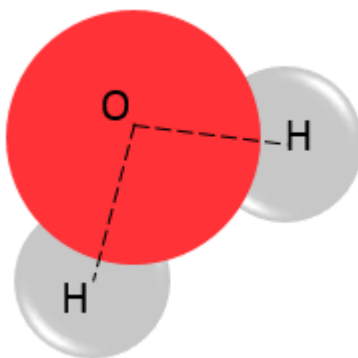


Figure I.9: molécule d'eau reliée de manière covalente à deux atomes d'hydrogène.

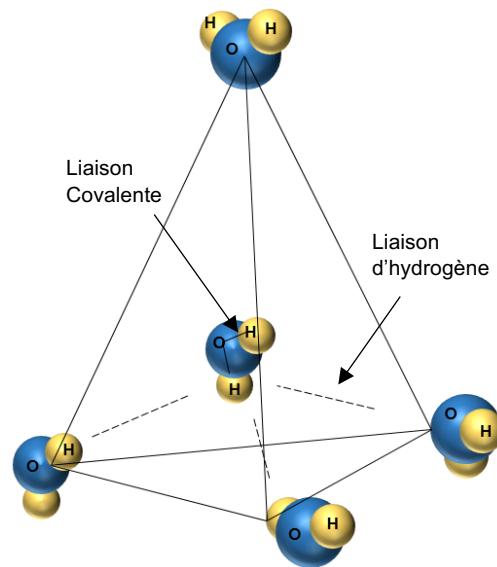


Figure I.10: Structure tétraédrique de l'eau par des liaisons hydrogène

En fonction de la nature et donc de l'électronégativité des atomes qui composent une molécule, des charges partielles peuvent apparaître. Il se trouve que, dans la molécule d'eau, les deux atomes d'hydrogène présentent une charge partielle positive alors que, l'atome d'oxygène présente une charge partielle négative. La molécule d'eau est donc polaire (on dit aussi dipolaire). Elle constitue un dipôle électrique permanent. Le caractère dipolaire de la molécule d'eau s'explique par la répartition de ses charges dans l'espace. La géométrie de la molécule d'eau est donc coudée. A ces importantes propriétés de polarité s'ajoute le fait que les atomes d'oxygène électronégatifs attirent les atomes d'hydrogène électropositifs, ce qui génère des forces d'attraction entre molécules essentiellement d'origine électrostatique relativement fortes appelées liaisons hydrogène (Figure I.10) [79]. L'hydrogène d'une molécule reste lié par liaison covalente à l'atome d'oxygène, mais est attiré par l'oxygène d'une molécule d'eau voisine [80,81].

L'eau est un liquide polaire possédant une permittivité élevée qui lui attribuent ses propriétés de solvants, dissociant et ionisant [78,79]. Les propriétés diélectriques de l'eau ont fait l'objet de nombreuses études dans une large gamme de fréquences [82,83]. Le comportement de l'eau déionisée en fonction de la fréquence peut être décrit à l'aide des relations de Debye ou de Cole-Cole. Le modèle de l'eau est celui le plus en accord avec le modèle de Debye, et ses propriétés diélectriques sont intéressantes car elle possède une structure moléculaire simple. Les mesures diélectriques ayant été résumées et examinées dans Kaatze (1989) [82], seules les données essentielles sont données ici.

Kaatze [82] a analysé un certain nombre de données de la littérature et a introduit de nouvelles données de permittivité diélectrique relative complexe de l'eau pure dans son

laboratoire. Il a ajusté les données pour la gamme de fréquences allant de 1,1 à 57GHz et la gamme de températures comprises entre 0° et 50°C à une fonction de Debye. L'équation (I.15) introduit le modèle semi-empirique de Kaatze de la permittivité en fonction de la température.

$$\varepsilon(\omega, T) = \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + j\omega\tau} + \varepsilon_\infty \quad (I.14)$$

où les paramètres de Debye ( $\tau, \varepsilon_s, et \varepsilon_\infty$ ) varient en fonction de la température et sont représentés par la modélisation polynomiale suivantes:

$$\begin{aligned} \tau(T) &= 3,745 \times 10^{-15} [1 + 7 \times 10^{-5} (T - 27,5)^2] \exp\left(\frac{2295,7}{273,15 + T}\right) \\ \varepsilon_s(T) &= 10^{(1,94404 - 0,00199)T} \\ \varepsilon_\infty(T) &= 5,77 - 2,74 \times 10^{-2}T \end{aligned} \quad (I.15)$$

La Figure I.11 présentes la dépendance en fréquence de la permittivité complexe calculée par les équations empiriques à différentes températures selon [82].

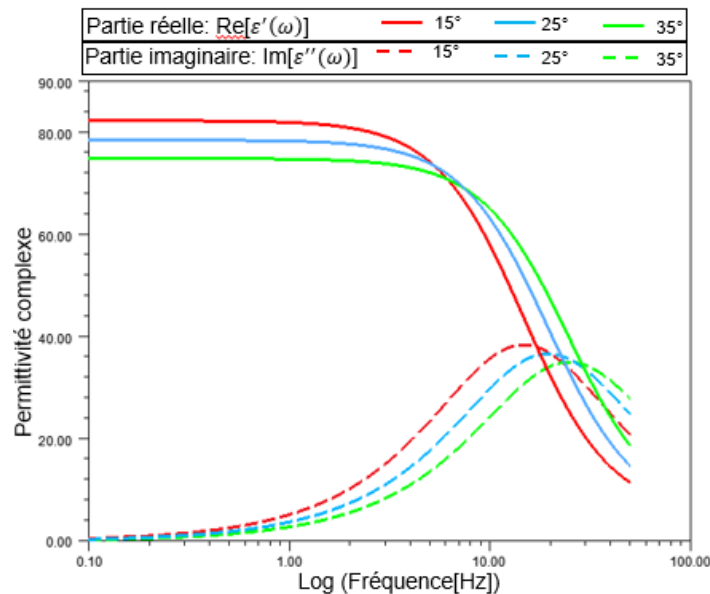


Figure I.11: variation permittivité complexe de l'eau en fonction de la température

Les résultats montrent que, la partie réelle de la permittivité diélectrique révèle un plateau à basse fréquence correspondant à  $\varepsilon_s$ , qui diminue avec l'augmentation de la température. Vers les hautes fréquences, une diminution en palier apparaît, indiquant le processus de relaxation dipolaire caractéristique des molécules d'eau. En conséquence,  $\varepsilon''$  montre les pics de perte. Le maximum du pic, qui est bien défini, se déplace significativement vers des fréquences plus basses avec la diminution de la température, indiquant une

augmentation du temps de relaxation moyen due au ralentissement des mouvements de réorientation des molécules d'eau. Cela est dû au fait que le temps de relaxation,  $\tau$  est inversement proportionnel à la température, car le mouvement moléculaire est plus rapide à des températures plus élevées [84], et selon l'équation (I.12), la fréquence de relaxation diminue lorsqu'elle augmente.

#### 4.4.2. Cas du chlorure de sodium

Ensuite nous nous sommes intéressés à l'analyse phénoménologique du modèle existant des solutions ioniques qui est introduite ici par le modèle de Cole-Cole avec une conductivité ionique. Les sels sont dissous dans l'eau et ont un effet marqué sur les propriétés diélectriques de cette eau : la permittivité diélectrique statique et le temps de relaxation sont réduits et une conductance ionique est introduite. Dans de nombreux cas, la permittivité diélectrique complexe d'une solution NaCl-eau en fonction de la fréquence peut être représentée de manière adéquate par l'équation de Cole-Cole avec l'ajout de l'effet de la conductivité (équation (I.10)). De nombreux auteurs ont mesuré et analysé des solutions aqueuses de chlorure de sodium afin d'obtenir la permittivité complexe en fonction de la fréquence et de la température [76,85–87]. Les modèles de Peyman *et al* sont ceux qui se rapprochent plus des modèles étudiés dans ce manuscrit.

Peyman *et al* ont analysé et mesuré la permittivité complexe des solutions de chlorure de sodium à 20°C, à des concentrations comprises entre  $10^{-3}$  mol/L et 5 mol/L et sur une gamme de fréquence de 0,13 à 20 GHz. Ils ont donc trouvé que pour les solutions de chlorure de sodium à faible concentration, la meilleure modélisation est celle de Debye tandis que pour les concentrations plus élevées, le modèle de Cole-Cole devient plus approprié. Ainsi ils ont pu combiner leurs résultats à ceux de la littérature pour dériver des modèles polynomiaux qui prédisent le comportement diélectrique des solutions de chlorure de sodium entre  $C = 0$  et 5 mol/L et 5°-35°C. Les résultats expérimentaux de l'analyse peuvent être exprimés en termes de salinité de l'eau et de température. La dépendance en température des paramètres de Cole-Cole est donnée par :

➤ pour les concentrations élevées le modèle est le suivant ( $C \geq 1$  mol/L):

$$\begin{aligned}\varepsilon_s &= 84,328 + 0,117TC + 0,77C^2 - 13,257C - 0,207T - 4,859 \times 10^{-3}T^2 \\ \tau(\text{Ps}) &= 17,76 + 0,022TC + 0,09C^2 - 1,222C - 0,525T + 5,361 \times 10^{-3}T^2 \\ \sigma(\text{S/cm}) &= 0,061TC - 0,667C^2 + 6,485C - 0,439 - 1,2 \times 10^{-3}T \\ &\quad + 3,374 \times 10^{-3}T^2\end{aligned}\tag{I.16}$$

$$\alpha = 0,011 + 4,326 \times 10^{-4}TC + 4,431 \times 10^{-3}C^2 + 4,754 \times 10^{-3}C + 1,82 \times 10^{-3}T - 6,154 \times 10^{-5}T^2$$

➤ Pour les faibles concentrations le modèle est le suivant ( $C \leq 1 \text{ mol/L}$ ):

$$\epsilon_s = \epsilon_s(\omega)(1,0 - 3,742 \times 10^{-4}TC + 0,034C^2 - 0,178C + 1,515 \times 10^{-4}T - 4,929 \times 10^{-6}T^2)$$

$$\tau(s) = \tau(\omega)(1,012 - 5,282 \times 10^{-3}TC + 0,032C^2 - 0,01C - 1,724 \times 10^{-3}T + 3,766 \times 10^{-5}T^2) \quad (I.17)$$

$$\sigma(S/cm) = 0,174TC - 1,582C^2 + 5,923C$$

$$\alpha = -6,348 \times 10^{-4}TC - 5,1 \times 10^{-2}C^2 + 9 \times 10^{-2}C$$

où les paramètres  $\epsilon_s(\omega)$  et  $\tau(\omega)$  représentent respectivement la permittivité statique et le temps de relaxation de l'eau selon Kaatze et T la température expérimentale en kelvin.

La Figure I.12 montre la permittivité complexe calculée par les équations empiriques pour différentes concentrations de chlorure de sodium de l'eau (0.1 et 0.2 mol/L) à différentes températures aux fréquences micro-ondes selon [85].

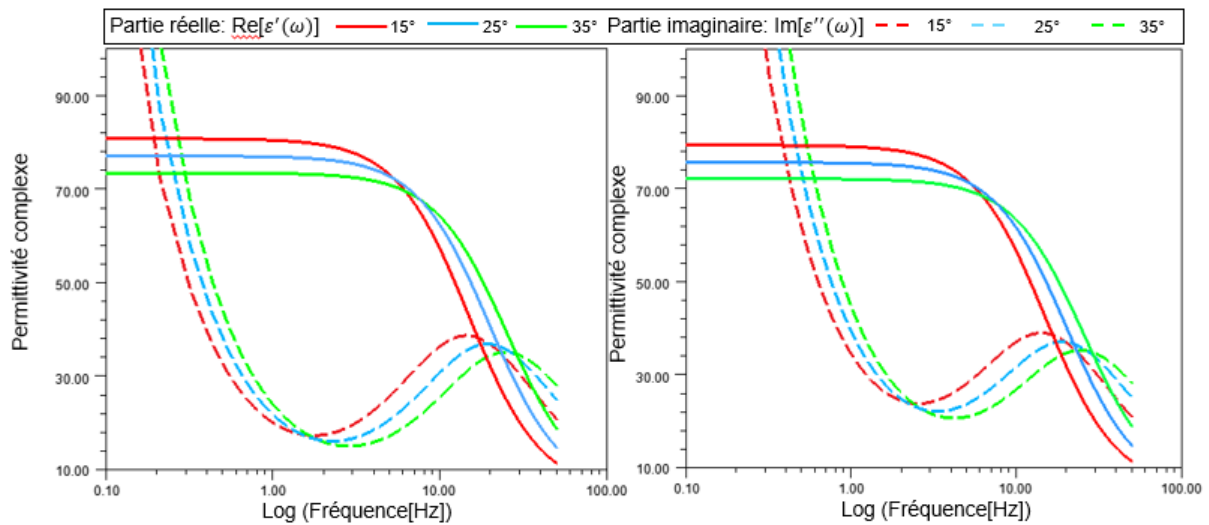


Figure I.12: Parties réelles et imaginaires de la permittivité en fonction de la fréquence d'une solution aqueuse de 0.1 mol/L de chlorure de sodium et 0.2 mol/L de chlorure de sodium respectivement.

Les résultats montrent que, la partie réelle de la permittivité diélectrique révèle un plateau à basse fréquence correspondant à  $\epsilon_s$ , qui diminue avec l'augmentation de la température. Vers les hautes fréquences, une diminution en palier apparaît, indiquant le processus de relaxation caractéristique des molécules d'eau. Le maximum des pertes, qui est bien défini, se déplace significativement vers des fréquences plus basses avec la diminution

de la température, indiquant une augmentation du temps de relaxation moyen due au ralentissement des mouvements de réorientation des molécules d'eau. La forte augmentation de  $\varepsilon''$  observée aux basses fréquences peut être attribuée au transport de charges ioniques. L'augmentation est plus importante, dans les échantillons contenant de fortes concentrations en chlorure de sodium que dans ceux de faibles concentrations. Dans cette partie, nous avons présenté des concepts de base permettant de comprendre les propriétés électriques des matériaux. La revue de littérature sur les généralités des matériaux présentés précédemment, nous amène à constater que les matériaux avaient des comportements particuliers identifiés, mesurables, et modélisables. On peut donc avoir des modèles prédictifs qui seront étudiés dans le chapitre II, et ces modèles peuvent être utilisés pour développer des capteurs non invasifs qui vont permettre d'extraire simplement les informations sur les caractéristiques qui nous intéressent. Pour compléter cette revue de littérature, la partie suivante est donc consacrée aux généralités sur les capteurs planaires.

## **Partie 2 : Dispositifs et Capteurs**

### **Introduction**

Les capteurs apparaissent dans presque tous les aspects de la vie moderne, depuis les détecteurs de mouvement jusqu'aux détecteurs de poids aux caisses des supermarchés, il serait impossible d'énumérer ici toutes les applications [88,89]. Cependant, cette partie ne considèrera qu'un sous-ensemble particulier de capteurs, c'est-à-dire, ceux qui détectent et mesurent ou caractérisent les liquides et leurs propriétés, telles que la permittivité, la variation en température et les mesures de concentration des solutions liquides. Le capteur de sonde coaxiale de la partie précédente est une méthode de caractérisation de laboratoire, dont l'objectif est de déterminer des propriétés diélectriques, et non pas la composition d'un liquide.

D'autres types de capteurs à micro-ondes existent avec des méthodes moins courantes, telles que les capteurs optiques et chimiques [90], pour l'analyse et la détermination des concentrations des liquides. Cependant, ces méthodes nécessitent des quantités relativement importantes de liquide, et présentent des dispositifs à faibles performances de sensibilité et de précision, dans des méthodologies très compliquées et dépendantes des phases.

Les Capteurs microondes proposés ici reposent principalement sur le concept de résonance, et peuvent prendre des formes diverses telles que des lignes de transmission, des guides d'ondes volumiques et des résonateurs intégrés à la technologie planaire. Ces

structures résonantes, soumises à un stimulus électromagnétique, vont osciller à une ou plusieurs fréquences qui dépendent notamment de leurs natures et leurs géométries. Les paragraphes suivants passent en revue quelques techniques existantes dans le domaine des capteurs planaires à micro-ondes en tenant compte du type de dispositifs basés sur la résonance.

## 1. Définitions et généralités

Un capteur peut être considéré comme un dispositif qui détecte ou mesure une information physique ou chimique et l'enregistre. L'information chimique peut être une concentration ou bien une composition. La Figure I.13 présente un schéma de principe d'un capteur de liquide.

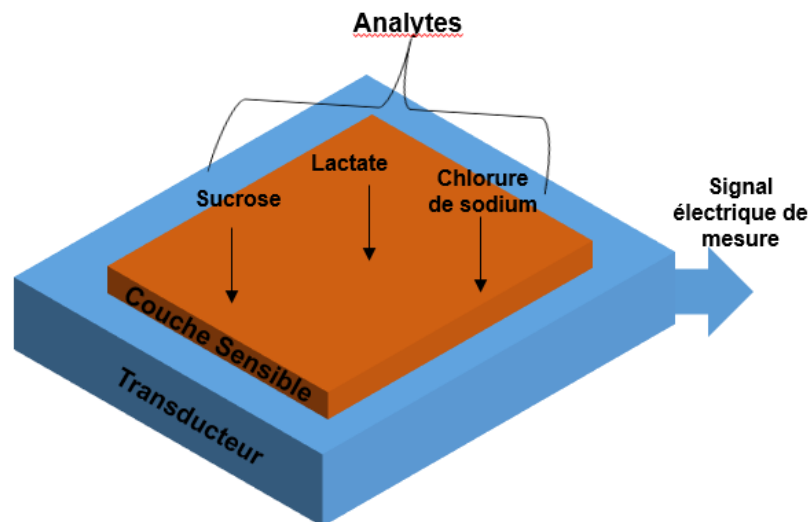


Figure I.13: Schéma de principe d'un Capteur de liquide permettant d'obtenir, à partir de l'espèce à détecter dans un échantillon, toute information utile à son évaluation

On peut donc scinder un capteur de liquide en deux éléments importants: un récepteur où se déroule l'analyse, pouvant prendre la forme d'une simple enceinte de mesure ou d'un matériau sensible qui interagit directement avec l'analyte, et un transducteur dont le rôle va être de convertir l'information en un signal exploitable [91].

Les performances des capteurs sont caractérisées par différents paramètres et sont souvent évaluées à l'aide de diverses méthodes et mesures. Dans l'idéal, un capteur de liquide doit fournir des informations sur la nature et la concentration d'un composé en solution. Il est donc fondamental de connaître avec précision les caractéristiques d'un capteur afin de pouvoir déterminer les limites de fonctionnement de celui-ci. Les principaux sont les suivants:



- Sensibilité: cette caractéristique traduit le rapport entre variation du signal du capteur par rapport à la variation de la concentration du soluté en solution aqueuse auquel il est soumis pour une plage de mesure donnée. C'est donc la pente de la courbe de réponse de ce capteur [91]. Pour toute technique analytique, il est important de connaître la plage de concentration pertinente et la limite de détection. Dans le cas des capteurs, ces facteurs de sensibilité sont fonction de la conception physique et du matériau.
- Sélectivité : représente l'aptitude du capteur à détecter la molécule cible parmi les autres molécules. Ainsi un capteur est dit sélectif, si la variation du signal de sortie est due uniquement à la seule grandeur (physique, chimique...) qu'on veut mesurer [3]. Cette aptitude est la plus délicate du fait de la nature des interactions physicochimiques mises en jeu dans le procédé de détection. La sélectivité est spécifique à chaque capteur selon sa nature [92–94]. Ainsi, la sélectivité, est une question importante qui doit être abordée lors de la conception d'un capteur.
- Stabilité : également appelée durée de conservation, peut être exprimée de différentes manières, mais elle est généralement décrite comme le pourcentage de la réponse originale du signal après une période donnée. Elle définit ainsi la disposition du capteur à conserver une réponse constante au cours du temps [95]. C'est un paramètre capital puisqu'il définit la fiabilité de la réponse du capteur en utilisation réelle.
- Reproductibilité: La reproductibilité d'un capteur représente la variation aléatoire des résultats de plusieurs séries de mesures, réalisées sur une même solution. Le système est reproductible s'il répond à une solution de la même manière, quel que soit le nombre de mesures, espacées dans le temps, dans des conditions expérimentales différentes. La non-reproductibilité est due à la variation de température [96,97], aux champs électromagnétiques environnants [96] et au vieillissement inévitable de la couche sensible [96] qui change les caractéristiques de la transduction.

## **2. Dispositifs micro-ondes : principes fondamentaux**

En fonction de l'application, les capteurs planaires hyperfréquences peuvent être conçus avec des éléments localisés ou distribués. De même il existe plusieurs façons de réaliser des résonateurs en hyperfréquence en utilisant, soit un guide d'onde rectangulaire ou circulaire, une cavité diélectrique, une ligne de transmission (micro ruban ou coplanaire) ou des

structures résonantes miniatures. Cette partie est donc centralisée sur les différentes méthodes résonantes et les théories fondamentales des capteurs.

## 2.1. Capteurs basés sur des dispositifs en guide d'onde

### 2.1.1. La ligne de transmission

Un type de ligne qui peut guider l'énergie micro-ondes entre des points d'intérêt est une ligne de transmission. De façon classique une ligne de transmission est un ensemble de deux conducteurs véhiculant un signal électrique, d'une source vers une charge et partiellement dans l'air au-dessus de la bande[98]. Une représentation schématique de cette technique est donnée à la Figure I.14.

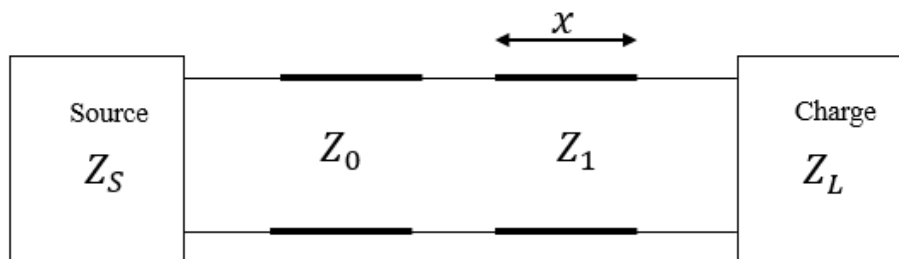


Figure I.14: adaptation d'une charge  $Z_L$  à une source  $Z_S$  utilisant une ligne de transmission d'impédance caractéristique  $Z_1$

Cette méthode de la ligne de transmission est une technique de mesure large bande, où seul le mode fondamental est supposé se propager. La Figure I.15 illustre quelques types de structure de transmission chargée par un échantillon existant dans la littérature[99,100]. Cette figure montre qu'en plaçant un échantillon diélectrique sur la face supérieure de la ligne ou dans le volume du diélectrique, la propagation du champ électromagnétique sera perturbée créant une discontinuité d'impédance caractéristique, qui modifie les coefficients de réflexion et de transmission qui en fonction de la permittivité de l'échantillon. Parmi les applications notables de ces techniques, la mesure de la concentration en solutions aqueuses a fait l'objet de nombreux travaux de recherche [101–105].

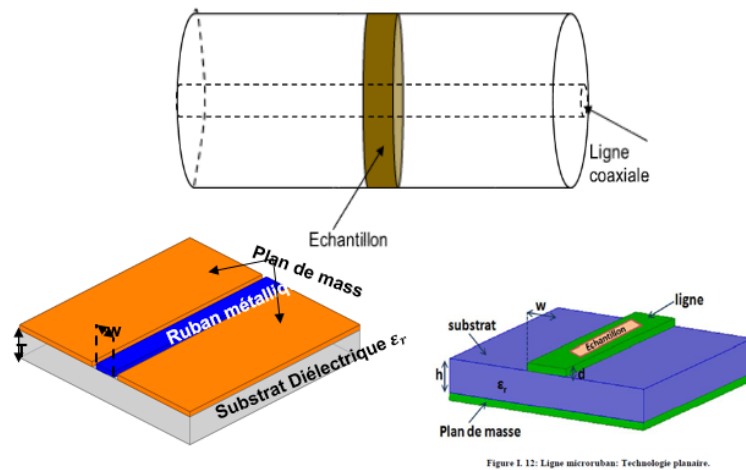


Figure 1.12: Ligne microruban: Technologie planaire.

Figure 1.15: Exemple de capteurs basés sur les lignes de transmission : Coaxiale, microruban, coplanaire

### 2.1.2. Méthode en guide d'ondes

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. La forme de l'échantillon doit être adaptée aux dimensions du dispositif. La figure ci-dessous illustre le schéma de mesure en guide d'ondes rectangulaire [57].

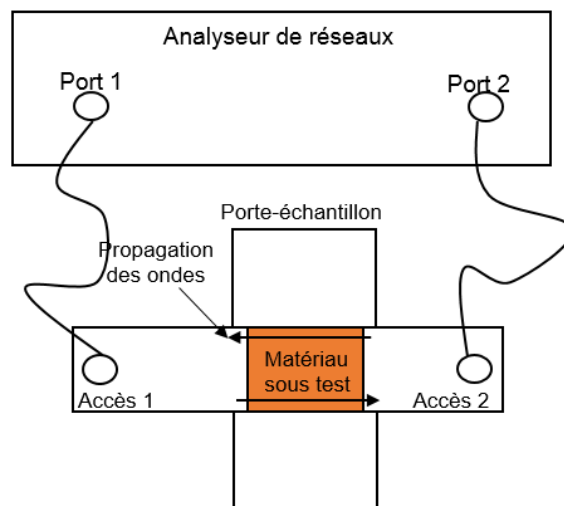


Figure 1.16: Représentation physique de l'installation de caractérisation de matériau en guide d'onde rectangulaire

Le système de mesure se compose d'un analyseur de réseau vectoriel utilisé comme source micro-ondes, d'une ligne de transmission en section de guide d'ondes, et d'un logiciel. Cette approche permet d'effectuer les mesures des paramètres S dans une large bande de fréquences. Les propriétés électromagnétiques ( $\epsilon_r$ ,  $\mu_r$ ) du matériau sont déduites à partir de la

mesure du signal réfléchi ( $S_{11}$ ) et du signal transmis ( $S_{21}$ ) [28,106–109]. Un guide d'ondes (Figure I.16) ne permet la propagation des ondes électromagnétiques qu'au-dessus d'une fréquence critique (fréquence de coupure). Différents modes (TE et TM) peuvent se propager à différentes fréquences et selon Pozar [98], la fréquence de coupure pour un mode spécifique dans un guide d'ondes rectangulaire est donnée par:

$$f_{\text{Cmn}} = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_r \mu_r}} \sqrt{\left(\frac{m}{2a}\right)^2 + \left(\frac{n}{2b}\right)^2} \quad (I.18)$$

où a et b représente les dimensions du guide.

L'analyse électromagnétique de la cellule de mesure suppose que seul le mode fondamental TE<sub>10</sub> se propage le long du guide d'ondes [28,108]. Pour cela, les dimensions de ce dernier sont adaptées au fonctionnement monomode de la structure de propagation [110,111]. Cette technologie est souvent utilisée pour déterminer la concentration dans des solutions aqueuses [104,112,113]. Les résonateurs en guide d'ondes offrent un facteur de qualité et une sensibilité élevés. Le seul inconvénient est qu'ils sont souvent trop encombrants, inutilisables comme option mobile compacte et nécessitent, par conséquent, des volumes de liquide assez importants (quelques millilitres) [57]. Une autre forme de dispositifs hyperfréquences utilisés pour la caractérisation diélectrique est les capteurs implantés en technologies planaire qui seront présentés dans les paragraphes suivants.

### 3. Capteurs planaires

L'utilisation de capteur planaire ou microruban a été étudiée et appliquée à de nombreux domaines pour les mesures de permittivité diélectrique dans une multitude de contextes. Ils sont basés sur l'interaction des modes de propagation ou de résonance avec la solution testée. Afin d'obtenir une sensibilité maximale du capteur à micro-ondes, la solution aqueuse doit être placée à l'endroit où champ électrique est maximum. Le chargement d'un échantillon, change les propriétés de résonance du capteur, et les propriétés électriques de l'échantillon peuvent être dérivées des propriétés de résonance.

Ces systèmes basés sur des éléments résonnants fonctionnent généralement selon le même principe, à savoir un phénomène physicochimique impliquant les solutions aqueuses ciblé induit une variation de permittivité, qui viendra modifier leur performance ou leur comportement d'une manière mesurable et proportionnelle à une propriété de ces liquides comme illustré sur la Figure I.17.

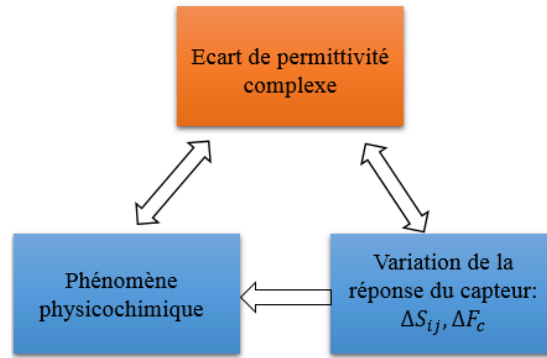


Figure I.17: Principe de fonctionnement d'un capteur microondes.

La performance ou le comportement d'un capteur habituellement repose sur la variation de la fréquence de résonance [114,115], l'atténuation maximale [33] de la phase [116] ou du facteur de qualité [117] produite par la variable à détecter. Ces paramètres sont directement mesurables à partir de paramètres S. La Figure I.18 est un schéma représentant les paramètres de performance des capteurs.



Figure I.18: Schéma descriptif des paramètres de performance des Capteurs planaires

Les formes que prennent les capteurs de liquides basés sur les micro-ondes sont multiples, autant d'un point de vue conception de circuits que d'un point de vue d'échantillonnage. On peut ainsi retrouver de nombreux travaux où l'échantillon prend la forme du matériau déposé à la surface du capteur [29], tandis que d'autres travaux fonctionnent avec des canaux microfluidiques [23,118–122] conçus pour amener l'échantillon de fluide à un réseau de résonateurs. Des travaux basés sur des gravures de substrat [123–125] et des récipients 3D [5,126–129] où le liquide doit être placé sont également rencontrés et, depuis quelques années, tend à se généraliser. Effectivement, cette technique permet de travailler avec des quantités très faibles de solution pouvant descendre en dessous du microlitre. La Figure I.19 présente des exemples tirés de la littérature des formes d'échantillon.

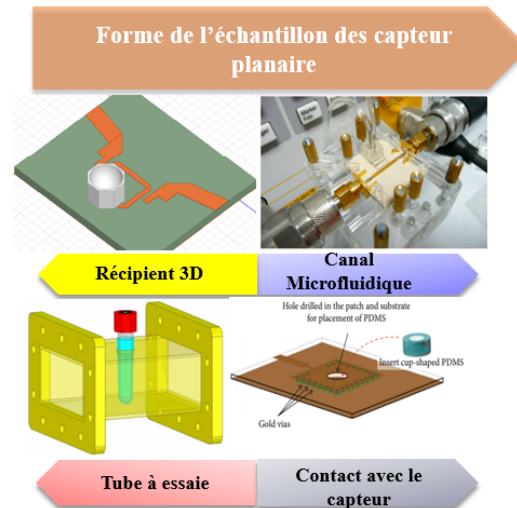


Figure I.19: Exemples des formes d'échantillons tirés de la littérature

Selon le schéma de classification de la Figure I.18, les sections suivantes passeront en revue les travaux les plus significatifs sur les capteurs planaires basés sur la fréquence centrale et sur le facteur de qualité.

### 3.1. Capteurs planaires basés sur la fréquence centrale

Les capteurs basés sur la fréquence centrale comme paramètre de détection reposent sur la dépendance de la fréquence de résonance à la permittivité diélectrique. Ainsi, la résonance peut être considérée comme la fréquence, ou la bande de fréquences, à laquelle un système oscille avec une amplitude maximale ou produit la plus grande sortie pour une entrée donnée. Fondamentalement, un résonateur micro-ondes est un élément capable de stocker à la fois l'énergie électrique et l'énergie magnétique. À une fréquence proche de la résonance, les résonateurs micro-ondes peuvent être représentés par un circuit RLC en série ou en parallèle. Dans le cadre de nos travaux, la configuration parallèle illustrée à la Figure I.20 est particulièrement intéressante car la concentration du champ électromagnétique dans le résonateur permet une forte interaction avec le milieu à son contact.

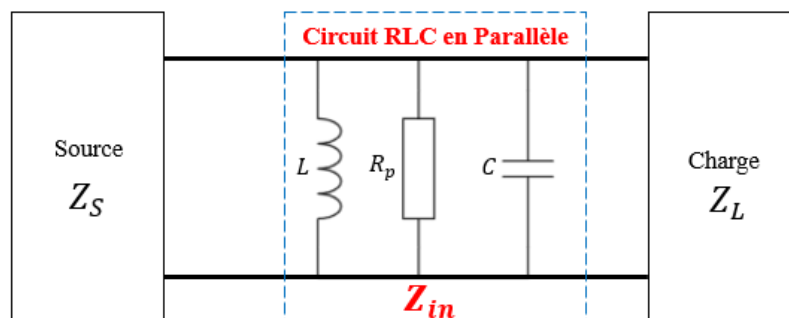


Figure I.20: schéma équivalent RLC en parallèle.

L'impédance d'entrée présentée par le circuit de la Figure I.20 s'écrit alors :

$$Z_{in} = \frac{1}{\frac{1}{R_p} + \frac{1}{jL\omega} + jC\omega} \quad (I.19)$$

D'après la théorie des circuits simples, on sait que l'énergie stockée est une énergie réactive, qui provoque un comportement résonnant. Le phénomène de résonance apparaît quand les énergies moyennes magnétiques ( $W_m$ ) et électriques stockées ( $W_e$ ) par le résonateur sont égales ( $W_m = W_e$ ), par conséquent l'impédance d'entrée devient réelle [130]. Dans cette situation la fréquence de résonance est donc définie comme suit [131]:

$$W_m = W_e \Rightarrow \omega^2 LC = 1 \Rightarrow \omega_0 = \frac{1}{\sqrt{LC}} \quad (I.20)$$

Les fréquences de résonance et les modes parasites d'un résonateur sont un facteur clé dans la conception d'un capteur de liquide. Afin de concevoir un capteur, les fréquences de résonances du mode fondamental et du mode parasite doivent être calculées au préalable [132]. Le Tableau I.2 présente une revue de littérature des capteurs planaires basés sur la fréquence de résonance. Ils sont classés dans le tableau selon la technologie, la forme d'échantillon et le matériau à détecter.

Tableau I.2: Revue de littérature des capteurs de liquides micro-ondes de type résonnant classés.

Références	Élément/technologie de détection	Fréquence de fonctionnalité (GHz)	Formes d'échantillons	Matériau cible
[19]	Antenne à électrodes interdigitées (IDE)	15	Contact avec le capteur	Huile végétale
[133]	Résonateur SIW	2.0	Micro-fluidique	Solution aqueuse de méthanol
[123]	CSRR	2.65	Récipient en 3 D	Matériaux Polaire et Non polaire
[134]	Résonateur planaire plié symétrique	2.2	Contact avec le capteur	PCB
[118]	Résonateur planaire plié	22.7	Micro-fluidique	Solution aqueuse d'éthanol
[128]	CSRR	1.9	Tube	Solution aqueuse de méthanol
[135]	Résonateur planaire plié ouvert	Planaire	Micro-fluidique	Phase et pertes d'insertion

### 3.2. Capteurs planaires basés sur le facteur de qualité

Dans la littérature ont été proposés des capteurs planaires pour mesurer les variations des propriétés diélectriques en utilisant le facteur qualité comme paramètre de sensibilité. Le facteur de qualité ( $Q$ ) pour tout résonateur est une caractéristique intrinsèque du circuit essentielle pour évaluer la qualité d'un capteur. Le facteur de qualité ( $Q$ ) compare l'énergie

stockée à l'énergie dissipée dans le circuit par cycle d'oscillation. En l'absence de charge connectée au circuit, il se définit par :

$$Q_v = \omega \frac{\text{Energie moyenne stockée}}{\text{Energie dissipée par période}} \quad (I.21)$$

Où  $\omega$  est la pulsation de fonctionnement.

$Q_v$  est donc une mesure des pertes dans un circuit résonnant. Ainsi, une perte plus élevée implique un facteur plus faible [98,130].

En général, le facteur de qualité ( $Q$ ) d'un résonateur peut être décomposé en différents facteurs de mérite, à savoir, le facteur de qualité chargé  $Q_p$ , le facteur de qualité à vide (non chargé)  $Q_v$  et le coefficient de qualité externe  $Q_e$ . La relation entre les différents types de facteur de qualité peut être exprimée comme suit :

$$\frac{1}{Q_p} = \frac{1}{Q_e} + \frac{1}{Q_v} \quad (I.22)$$

En effet, le facteur de qualité chargé ( $Q_p$ ) dépend des pertes des matériaux diélectriques ; lorsqu'il interagit avec la charge connectée au circuit comme sur la Figure I.20, il se définit par :

$$Q_p = \frac{f_r}{\Delta f} \quad (I.23)$$

où  $f_r$  est la fréquence centrale c'est-à-dire la fréquence pour laquelle le niveau de pertes est minimal et  $\Delta f$  représente la largeur de bande mesurée à -3dB de chute de l'amplitude maximale à la fréquence centrale.  $Q_p$  est le facteur de qualité mesuré en tenant compte des effets de charge du résonateur lui-même, ainsi que de la charge associée aux éléments qui n'appartiennent pas strictement au résonateur. Parallèlement, le facteur de qualité à vide ( $Q_v$ ) et le coefficient de qualité externe ( $Q_e$ ) du résonateur sont obtenus par extrapolation à partir de l'équation (I.22). Le coefficient de qualité externe ( $Q_e$ ) peut alors être obtenu à partir du facteur de qualité chargé et des pertes d'insertion  $|S_{21}|$  du résonateur à la fréquence de résonance comme suit:

$$Q_e = \frac{Q_p}{|S_{21}|_{f_c}} \quad (I.24)$$

En outre, le facteur de qualité à vide ( $Q_v$ ) peut être trouvé à partir de:

$$Q_v = \frac{Q_p}{1 - |S_{21}|_{f_c}} \quad (I.25)$$



Le Tableau I.3 présente une revue de littérature des capteurs planaires basés sur le facteur de qualité. Ils sont classés dans le tableau selon le type de structure, la technique de fabrication, la forme d'échantillon et le paramètre à détecter (facteur de qualité).

Tableau I.3: Revue de littérature des capteurs planaires micro-ondes basés sur le facteur de qualité.

Références	Élément/technologie de détection	Fréquence de fonctionnalités (GHz)	Formes d'échantillons	Matériau cible
[136]	Résonateur SIW	5.85	Capteur immergés dans la solution.	Solution aqueuse d'éthanol
[120]	Multiplés Résonateur en boucle ouverte (SRR)	2.0	Micro-fluidique	Solution aqueuse de méthanol/ d'éthanol
[117]	Résonateur en boucle ouverte (SRR)	5.16	Récipient en 3 D	Solution aqueuse de Glucose
[123]	Résonateur à cavité en guide d'ondes		Micro-fluidique	Solution aqueuse
[5,5]	Résonateur en boucle ouverte (SRR)	7.16	Récipient en 3 D	Solution aqueuse de Glucose
[137]	Antenne SIW à fente	8.6	Micro-fluidique	Solution aqueuse de glucose

Le facteur de qualité à vide ( $Q_v$ ) modélisé par l'équation(I.25) aura une importance particulière dans cette thèse lors de l'utilisation de résonateurs microondes à des fins de détection, et il sera examiné plus en détail ultérieurement [98,138].

## Conclusion

Dans ce chapitre a été présentée une revue de la littérature publiée relative à la caractérisation des matériaux diélectriques. Des informations indispensables à la compréhension des phénomènes intervenant lors de l'interaction d'un champ électrique avec un matériau ont été abordées. La compréhension des différents aspects abordés dans ce chapitre est une condition préalable à une étude visant à la caractérisation des liquides et nécessaire à la conception, la modélisation et la fabrication des circuits. Nous avons vu les différents types de polarisation et les techniques courantes de mesure de la permittivité complexe. Ainsi on retiendra avant tout que dans la gamme de fréquence que nous serons amenés à analyser, deux polarisations seront rencontrées, à savoir la conduction ionique et la polarisation dipolaire. Nous avons aussi traité le caractère fréquentiel de la permittivité complexe en exposant le modèle de Debye et de Cole-Cole et la relation entre ceux-ci et la fréquence d'excitation qui dépend aussi de la nature et de l'état même du milieu matériel.

Étant donné que notre étude est essentiellement basée sur la caractérisation non destructive et sensible de solutions aqueuses (de Chlorure de Sodium, de Sucrose) ou de la solution physiologique de lactate de sodium pour la détermination des concentrations des

solutés, nous avons présenté brièvement quelques techniques de caractérisation large bande ou résonnantes les plus utilisées pour la détermination de la permittivité diélectrique des liquides. Parmi les méthodes proposées, la méthode du résonateur miniature est celle qui répond le mieux en termes de sensibilité et de taille d'échantillon. Dans le chapitre suivant des mesures à l'aide de la méthode de la sonde coaxiale sont présentées. Les caractérisations expérimentales des mélanges binaires, ternaires et du lactate seront discutées.



## Références bibliographiques chapitre I

1. *Microwave Electronics: Measurement and Materials Characterisation*; Chen, L., Ed.; John Wiley: Chichester, 2004; ISBN 978-0-470-84492-2.
2. Su, L.; Mata-Contreras, J.; Vélez, P.; Martín, F. A Review of Sensing Strategies for Microwave Sensors Based on Metamaterial-Inspired Resonators: Dielectric Characterization, Displacement, and Angular Velocity Measurements for Health Diagnosis, Telecommunication, and Space Applications. *International Journal of Antennas and Propagation* **2017**, *2017*, 1–13, doi:10.1155/2017/5619728.
3. Alahnomi, R.A.; Zakaria, Z.; Ruslan, E.; Ab Rashid, S.R.; Mohd Bahar, A.A.; Shaaban, A. Microwave Bio-Sensor Based on Symmetrical Split Ring Resonator with Spurline Filters for Therapeutic Goods Detection. *PLoS ONE* **2017**, *12*, e0185122, doi:10.1371/journal.pone.0185122.
4. Shaji, M.; Akhtar, M.J. Microwave Coplanar Sensor System for Detecting Contamination in Food Products. In Proceedings of the IEEE MTT-S International Microwave and RF Conference; December 2013; pp. 1–4.
5. Juan, C.G.; Bronchalo, E.; Potelon, B.; Quendo, C.; Avila-Navarro, E.; Sabater-Navarro, J.M. Concentration Measurement of Microliter-Volume Water–Glucose Solutions Using Q Factor of Microwave Sensors. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **2019**, *68*, 2621–2634, doi:10.1109/TIM.2018.2866743.
6. Srour, M.; Potelon, B.; Quendo, C.; Person, C.; Carré, J.-L. Biosensor Based on a Resonant Technique for Aqueous Glucose Monitoring Using Standardized Medical Test Tubes. 3.
7. Lobnik, A.; Turel, M.; Korent, M. Optical Chemical Sensors: Design and Applications. In *Advances in Chemical Sensors*; Wang, W., Ed.; InTech, 2012 ISBN 978-953-307-792-5.
8. Kiani, S.; Rezaei, P.; Fakhr, M. Dual-Frequency Microwave Resonant Sensor to Detect Non-Invasive Glucose Level Changes Through the Fingertip. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* **2021**, 1–1, doi:10.1109/TIM.2021.3052011.
9. Bruen, D.; Delaney, C.; Florea, L.; Diamond, D. Glucose Sensing for Diabetes Monitoring: Recent Developments. *Sensors (Basel)* **2017**, *17*, doi:10.3390/s17081866.
10. Shiraga, K.; Suzuki, T.; Kondo, N.; Tajima, T.; Nakamura, M.; Togo, H.; Hirata, A.; Ajito, K.; Ogawa, Y. Broadband Dielectric Spectroscopy of Glucose Aqueous Solution: Analysis of the Hydration State and the Hydrogen Bond Network. *The Journal of Chemical Physics* **2015**, *142*, 234504, doi:10.1063/1.4922482.
11. Guerrero-Méndez, C.; Saucedo-Anaya, T.; Araiza-Esquivel, M.; Balderas-Navarro, R.E.; López-Martínez, A.; Olvera-Olvera, C. Measurements of Concentration Differences between Liquid Mixtures Using Digital Holographic Interferometry. *Metrology and Measurement Systems* **2017**, *24*, 19–26, doi:10.1515/mms-2017-0002.
12. Haxha, S.; Jhoja, J. Optical Based Noninvasive Glucose Monitoring Sensor Prototype. *IEEE Photonics J.* **2016**, *8*, 1–11, doi:10.1109/JPHOT.2016.2616491.
13. Park, E.-Y.; Baik, J.; Kim, H.; Park, S.-M.; Kim, C. Ultrasound-Modulated Optical Glucose Sensing Using a 1645 Nm Laser. *Sci Rep* **2020**, *10*, 13361, doi:10.1038/s41598-020-70305-6.
14. Baghdasaryan, Z.; Babajanyan, A.; Odabashyan, L.; Lee, J.-H.; Friedman, B.; Lee, K. Visualization of Microwave Near-Field Distribution in Sodium Chloride and Glucose Aqueous Solutions by a Thermo-Elastic Optical Indicator Microscope. *Sci Rep* **2021**, *11*, 2589, doi:10.1038/s41598-020-80328-8.
15. Stark, C.; Carvajal Arrieta, C.A.; Behroozian, R.; Redmer, B.; Fiedler, F.; Müller, S. Broadband Polarimetric Glucose Determination in Protein Containing Media Using

- Characteristic Optical Rotatory Dispersion. *Biomed. Opt. Express* **2019**, *10*, 6340, doi:10.1364/BOE.10.006340.
16. Gugliandolo, G. Deposition and Electrical Characterization of Nanostructured Sensing Materials on Microstrip Resonators. 2.
  17. Kuo, F.Y.; Lin, C.Y.; Chuang, P.C.; Chien, C.L.; Yeh, Y.L.; Wen, S.K.A. Monolithic Multi-Sensor Design With Resonator-Based MEMS Structures. *IEEE Journal of the Electron Devices Society* **2017**, *5*, 214–218, doi:10.1109/JEDS.2017.2666821.
  18. Ndoye, M.; Rasolomboahanginatovo, A.H.; Sama, N.Y.; Domingue, F.; Deslandes, D. Passive Monolithic Microwave Multisensor Based on N Coupled Substrate Integrated Resonators for Environmental Detection. In Proceedings of the 2016 46th European Microwave Conference (EuMC); October 2016; pp. 17–20.
  19. Blakey, R.; Korostynska, O.; Mason, A.; Al-Shamma'a, A. Real-Time Microwave Based Sensing Method for Vegetable Oil Type Verification. *Procedia Engineering* **2012**, *47*, 623–626, doi:10.1016/j.proeng.2012.09.224.
  20. Shaterian, Z.; Horestani, A.K.; Fumeaux, C. Rotation Sensing Based on the Symmetry Properties of an Open-Ended Microstrip Line Loaded with a Split Ring Resonator. In Proceedings of the 2015 German Microwave Conference; March 2015; pp. 33–35.
  21. Zhang, R.; Liu, S.; Jin, H.; Luo, Y.; Zheng, Z.; Gao, F.; Zheng, Y. Noninvasive Electromagnetic Wave Sensing of Glucose. *Sensors* **2019**, *19*, 1151, doi:10.3390/s19051151.
  22. Deshours, F.; Alquié, G.; Kokabi, H.; Rachedi, K.; Tlili, M.; Hardinata, S.; Koskas, F. Improved Microwave Biosensor for Non-Invasive Dielectric Characterization of Biological Tissues. *Microelectronics Journal* **2019**, *88*, 137–144, doi:10.1016/j.mejo.2018.01.027.
  23. Ebrahimi, A.; Withayachumnankul, W.; Al-Sarawi, S.F.; Abbott, D. Microwave Microfluidic Sensor for Determination of Glucose Concentration in Water. In Proceedings of the 2015 IEEE 15th Mediterranean Microwave Symposium (MMS); IEEE: Lecce, Italy, November 2015; pp. 1–3.
  24. IEEE Std 521-2002, IEEE Standard for Letter Designations for Radar-Frequency Bands. 10.
  25. Minkouo, T. *L'électromagnétisme*; Vernazobres-Greggo, 2011;
  26. Raymond A. Serway *Physique 3 - Optique et physique moderne - Raymond A. Serway - 3ème... - Librairie Eyrolles*; De Boeck.; 1990;
  27. Ellingson, S.W. *Electromagnetics, Volume 1*. In; VT Publishing, 2018; pp. 136–144 ISBN 978-0-9979201-9-2.
  28. Baker-Jarvis, J.; Vanzura, E.J.; Kissick, W.A. Improved Technique for Determining Complex Permittivity with the Transmission/Reflection Method. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques* **1990**, *38*, 1096–1103, doi:10.1109/22.57336.
  29. Robert, P. *Matériaux de l'électrotechnique, 3e édition*; Dunod.; Presses Polytechniques et Universitaires Romandes: Lausanne, 1979; ISBN 978-2-88074-419-9.
  30. Baker-Jarvis, J.; Janezic, M.D.; Degroot, D.C. High-Frequency Dielectric Measurements. *IEEE Instrum. Meas. Mag.* **2010**, *13*, 24–31, doi:10.1109/MIM.2010.5438334.
  31. Hippel, A.R.V. *Dielectrics and Waves*; Artech House Print on Demand: Boston; London, 1995; ISBN 978-1-58053-122-1.
  32. Raju, G.G. Polarization and Static dielectric constant. In *Dielectrics in Electric Fields*; 2003; pp. 29–48.
  33. Keysight Technologies Basics\_Of\_Measuring Dielectrics Properties of Materials Available online: <https://www.cmc.ca/wp->

content/uploads/2019/08/Basics\_Of\_MeasuringDielectrics\_5989-2589EN.pdf  
(accessed on 8 February 2021).

34. *Engineering Dielectrics: Volume III Electrical Insulating Liquids*; Bartnikas, R., Ed.; ASTM International: 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, 1994; ISBN 978-0-8031-2055-6.
35. Taillet, R.; Villain, L.; Febvre, P. *Dictionnaire de physique*; 4e édition.; DE BOECK SUP, 2018; ISBN 978-2-8073-0744-5.
36. Mariam, H.; Poulichet, P.; Takhedmit, H.; Richalot, E.; Français, O. Dielectric Property Characterization of Liquid Media Using an Open-Ended Probe Within a Microfluidic Chip. *I2M* **2020**, *19*, 169–177, doi:10.18280/i2m.190301.
37. Dimitri, P. Cours 7. Introduction des composants a` semiconducteur. 18.
38. Griffiths, D.J. *Introduction to Electrodynamics*; 3rd edition.; Prentice Hall: Upper Saddle River, N.J, 1998; ISBN 978-0-13-805326-0.
39. Chateaux, J.-F. Conception et réalisation d'une cellule de caractérisation des tissus biologiques par spectroscopie de bioimpédance dans la gamme fréquentielle [100 Hz-1MHz]: application aux tissus osseux, prise en compte de l'anisotropie. 324.
40. Bekefi, G.; Barrett, A.H. *Electromagnetic Vibrations, Waves, and Radiation*; 1982. Corr. 3rd Printing and Em> ed. edition.; MIT Press: Cambridge, Mass, 1977; ISBN 978-0-262-52047-8.
41. Filali, B.; Rhazi, J.-E.; Ballivy, G. Mesure des propriétés diélectriques du béton par une large sonde coaxiale à terminaison ouverte. *Can. J. Phys.* **2006**, *84*, 365–379, doi:10.1139/p06-056.
42. Faria, J.A.B. *Electromagnetic Foundations of Electrical Engineering*; 1st edition.; Wiley: Chichester, U.K, 2008; ISBN 978-0-470-72709-6.
43. Clarke Bob A guide to the characterisation of dielectric materials at RF and microwave frequencies. In; The Institute of Measurement and Control: London, 2003; p. 13 ISBN 978-0-904457-38-4.
44. Widodo, C.S.; Sela, H.; Santosa, D.R. The Effect of NaCl Concentration on the Ionic NaCl Solutions Electrical Impedance Value Using Electrochemical Impedance Spectroscopy Methods.; East Java, Indonesia, 2018; p. 050003.
45. Subbiah, B.; Morison, K.R. Effect of Viscosity on Electrical Conductivity in Liquid Foods. 11.
46. Levine, I. Physical Chemistry. In; McGraw-Hill Education: Boston, 2008; pp. 496–502 ISBN 978-0-07-253862-5.
47. Bockris, J.O.; Reddy, A.K.N. *Volume 1: Modern Electrochemistry: Ionics*; Bockris, J.O., Ed.; 2nd ed.; Springer US, 1998; ISBN 978-0-306-45554-4.
48. Baker-Jarvis, J.; Janezic, M.D.; Degroot, D.C. High-Frequency Dielectric Measurements. *IEEE Instrum. Meas. Mag.* **2010**, *13*, 24–31, doi:10.1109/MIM.2010.5438334.
49. Kaatz, U. Techniques for Measuring the Microwave Dielectric Properties of Materials. *Metrologia* **2010**, *47*, S91–S113, doi:10.1088/0026-1394/47/2/S10.
50. Caijun, Z.; Quanxing, J.; Shenhui, J. Calibration-Independent and Position-Insensitive Transmission/Reflection Method for Permittivity Measurement With One Sample in Coaxial Line. *IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility* **2011**, *53*, 684–689, doi:10.1109/TEM.2011.2156416.
51. Krupka, J. Frequency Domain Complex Permittivity Measurements at Microwave Frequencies. *Meas. Sci. Technol.* **2006**, *17*, R55–R70, doi:10.1088/0957-0233/17/6/R01.
52. Stuchly, M.A.; Stuchly, S.S. Coaxial Line Reflection Methods for Measuring Dielectric Properties of Biological Substances at Radio and Microwave Frequencies-A

- Review. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* **1980**, *29*, 176–183, doi:10.1109/TIM.1980.4314902.
53. Clarke, B.; Institute of Measurement and Control; National Physical Laboratory (Great Britain) *A Guide to the Characterisation of Dielectric Materials at RF and Microwave Frequencies.*; The Institute of Measurement and Control: London, 2003; ISBN 978-0-904457-38-4.
  54. Kraszewski, A.; Stuchly, M.A.; Stuchly, S.S. ANA Calibration Method for Measurements of Dielectric Properties. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* **1983**, *32*, 385–387, doi:10.1109/TIM.1983.4315084.
  55. Blackham, D.V.; Pollard, R.D. An Improved Technique for Permittivity Measurements Using a Coaxial Probe. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* **1997**, *46*, 1093–1099, doi:10.1109/19.676718.
  56. Jha, S.N.; Narsaiah, K.; Basediya, A.L.; Sharma, R.; Jaiswal, P.; Kumar, R.; Bhardwaj, R. Measurement Techniques and Application of Electrical Properties for Nondestructive Quality Evaluation of Foods—a Review. *J Food Sci Technol* **2011**, *48*, 387–411, doi:10.1007/s13197-011-0263-x.
  57. Yaw, K.C. Measurement of Dielectric Material Properties. 36.
  58. Agilent Technologies Basics of Measuring the Dielectric Properties of Materials 2006.
  59. Zají, R.; Oppl, L.; Vrba, J. Broadband Measurement of Complex Permittivity Using Reflection Method and Coaxial Probes. **2008**, 6.
  60. Gregory, A.P.; Clarke, R.N. A Review of RF and Microwave Techniques for Dielectric Measurements on Polar Liquids. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation* **2006**, *13*, 727–743, doi:10.1109/TDEI.2006.1667730.
  61. Otto, G.P.; Chew, W.C. Improved Calibration of a Large Open-Ended Coaxial Probe for Dielectric Measurements. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* **1991**, *40*, 742–746, doi:10.1109/19.85345.
  62. Reinhard, M. Guide de La Mesure de Conductivité 2007.
  63. Conductivity Theory and Practice. 50.
  64. Mierzejewska, D.; Marciniak-Darmochwał, K.; Kostyra, H.; Rudnicka, B. APPLICATION OF THE CONDUCTOMETRIC METHOD FOR DIFFERENTIATION OF PROTEINS AND PEPTIDES. 6.
  65. Doll, T.; Fuchs, A.; Eisele, I.; Faglia, G.; Groppelli, S.; Sberveglieri, G. Conductivity and Work Function Ozone Sensors Based on Indium Oxide. *Sensors and Actuators B: Chemical* **1998**, *49*, 63–67, doi:10.1016/S0925-4005(98)00037-9.
  66. Tuncer, E.; Nettelblad, B.; Gubański, S.M. Non-Debye Dielectric Relaxation in Binary Dielectric Mixtures (50-50): Randomness and Regularity in Mixture Topology. *Journal of Applied Physics* **2002**, *92*, 4612–4624, doi:10.1063/1.1505975.
  67. Debye, P.J.W. *Polar Molecules*; incorporated.; Chemical Catalog Company, 1929;
  68. Vander Vorst, A.; Rosen, A.; Kotsuka, Y. *RF / Microwave Interaction with Biological Tissues* | Wiley; Wiley-IEEE Press, 2006;
  69. Raicu, V. Dielectric Dispersion of Biological Matter: Model Combining Debye-Type and “Universal” Responses. *Phys. Rev. E* **1999**, *60*, 4677–4680, doi:10.1103/PhysRevE.60.4677.
  70. Cole, K.S.; Cole, R.H. Dispersion and Absorption in Dielectrics I. Alternating Current Characteristics. *The Journal of Chemical Physics* **1941**, *9*, 341–351, doi:10.1063/1.1750906.
  71. Numerical Methods for the Calculation of the Cole-Cole Parameters. *Egyptian Journal of Solids* **2000**, *23*, 179–188, doi:10.21608/ejs.2000.151486.
  72. Jonscher, A.K. *Dielectric Relaxation in Solids*; Chelsea Dielectrics Press: London, 1983; ISBN 978-0-9508711-0-3.

73. Rigaud, B.; Morucci, J.-P.; Chauveau, N. *Bioelectrical impedance techniques in medicine. Part I: Bioimpedance measurement*; Critical Reviews in Biomedical engineering; issue 4-6.; 1996; Vol. 4;.
74. Barthel, J.M.G.; Buchner, R. High Frequency Permittivity and Its Use in the Investigation of Solution Properties. *Pure and Applied Chemistry* **1991**, *63*, 1473–1482, doi:10.1351/pac199163101473.
75. Musa, N.; Onimisi, M.Y.; Ikyumbur, J.T. Cole-Cole Relaxation Model, Dielectric Constant, Loss Factor, Cole-Cole Plot, Frequency Dependence, Temperature Dependence. *American Journal of Condensed Matter Physics* **2020**, *6*.
76. Stogryn, A. Equations for Calculating the Dielectric Constant of Saline Water (Correspondence). *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques* **1971**, *19*, 733–736, doi:10.1109/TMTT.1971.1127617.
77. Komarov, V.; Wang, S.; Tang, J. Permittivity and Measurements. In *Encyclopedia of RF and Microwave Engineering*; Chang, K., Ed.; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ, USA, 2005; p. eme308 ISBN 978-0-471-65450-6.
78. Pauling, L. *The Nature of the Chemical Bond and the Structure of Molecules and Crystals; An Introduction to Modern Structural Chemistry.*; Third édition.; Cornell University Press: Ithaca, NY, 1960; ISBN 978-0-8014-0333-0.
79. Cabane, B.; Vuilleumier, R. La physique de l'eau liquide. 7.
80. Wicke, E. Structure Formation and Molecular Mobility in Water and in Aqueous Solutions. *Angewandte Chemie International Edition in English* **1966**, *5*, 106–122, doi:https://doi.org/10.1002/anie.196601061.
81. Eisenberg, D.S.; Kauzmann, W. *The Structure and Properties of Water*; Oxford classic texts in the physical sciences; Clarendon Press ; Oxford University Press: Oxford : New York, 2005; ISBN 978-0-19-857026-4.
82. Kaatze, U. Complex Permittivity of Water as a Function of Frequency and Temperature. *J. Chem. Eng. Data* **1989**, *34*, 371–374, doi:10.1021/je00058a001.
83. Hasted, J.B. *Aqueous Dielectrics*; Chapman and Hall, 1973; ISBN 978-0-470-35888-7.
84. Nyfors, E.; Vainikainen, P. *Industrial Microwave Sensors*; ARTECH HOUSE U.K., 1994;
85. Peyman, A.; Gabriel, C.; Grant, E.H. Complex Permittivity of Sodium Chloride Solutions at Microwave Frequencies. *Bioelectromagnetics* **2007**, *28*, 264–274.
86. Meissner, T.; Wentz, F.J. The Complex Dielectric Constant of Pure and Sea Water from Microwave Satellite Observations. *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing* **2004**, *42*, 1836–1849, doi:10.1109/TGRS.2004.831888.
87. Akhadov, Y.Y. *Dielectric Properties of Binary Solutions*; Pergamon: New York, 1980; ISBN 978-0-08-023600-1.
88. Jilani, M.; Wen, W.; Cheong, L.; ur Rehman, M. A Microwave Ring-Resonator Sensor for Non-Invasive Assessment of Meat Aging. *Sensors* **2016**, *16*, 52, doi:10.3390/s16010052.
89. Lee, H.-J.; Lee, H.-S.; Yoo, K.-H.; Yook, J.-G. DNA Sensing Using Split-Ring Resonator Alone at Microwave Regime. *Journal of Applied Physics* **2010**, *108*, 014908, doi:10.1063/1.3459877.
90. Facer, G.R.; Notterman, D.A.; Sohn, L.L. Dielectric Spectroscopy for Bioanalysis: From 40 Hz to 26.5 GHz in a Microfabricated Wave Guide. *Appl. Phys. Lett.* **2001**, *78*, 996–998, doi:10.1063/1.1347020.
91. Asch, G.; Poussery, B.; Desjardins, M. *Les capteurs en instrumentation industrielle*; 2017; ISBN 978-2-10-076020-6.
92. Morrison, S.R. Selectivity in Semiconductor Gas Sensors. *Sensors and Actuators* **1987**, *12*, 425–440, doi:10.1016/0250-6874(87)80061-6.



93. Fleischer, M.; Meixner, H. Selectivity in High-Temperature Operated Semiconductor Gas-Sensors. *Sensors and Actuators B: Chemical* **1998**, *52*, 179–187, doi:10.1016/S0925-4005(98)00271-8.
94. Brunet, J.; Spinelle, L.; Pauly, A.; Dubois, M.; Guerin, K.; Bouvet, M.; Varenne, C.; Lauron, B.; Hamwi, A. All-Organic Device with Integrated Chemical Filter Dedicated to the Selective Measurement of NO<sub>2</sub> in Air. *Organic Electronics* **2010**, *11*, 1223–1229, doi:10.1016/j.orgel.2010.04.021.
95. Ihokura, K.; Watson, J. *The Stannic Oxide Gas Sensor Principles and Applications*; 1st edition.; CRC Press: Boca Raton, 1994; ISBN 978-0-8493-2604-2.
96. *Handbook of Microwave Technology, Volume 1: Components and Devices*; Ishii, T.K., Ed.; Academic Press: San Diego, 1995; ISBN 978-0-12-374696-2.
97. Vilaseca, M.; Coronas, J.; Cirera, A.; Cornet, A.; Morante, J.R.; Santamaria, J. Gas Detection with SnO<sub>2</sub> Sensors Modified by Zeolite Films. *Sensors and Actuators B: Chemical* **2007**, *124*, 99–110, doi:10.1016/j.snb.2006.12.009.
98. Pozar, D.M. *Microwave Engineering, 4th Edition* | Wiley; 4 th.; John Wiley & Sons, Inc., 2012;
99. Queffelec, P.; Gelin, P.; Gieraltowski, J.; Loaec, J. A Microstrip Device for the Broad Band Simultaneous Measurement of Complex Permeability and Permittivity. *IEEE Trans. Magn.* **1994**, *30*, 224–231, doi:10.1109/20.312262.
100. Gardiol, F. *Hyperfréquences (TE Volume XIII) - Traité d'Electricité Volume XIII*; Ed. Dunod, Presses Polytechniques Romandes, 1987;
101. Roelvink, J.; Trabelsi, S.; Nelson, S.O. A Planar Transmission-Line Sensor for Measuring the Microwave Permittivity of Liquid and Semisolid Biological Materials. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **2013**, *62*, 2974–2982, doi:10.1109/TIM.2013.2265453.
102. Hofmann, M.; Fischer, G.; Weigel, R.; Kissinger, D. Microwave-Based Noninvasive Concentration Measurements for Biomedical Applications. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques* **2013**, *61*, 2195–2204, doi:10.1109/TMTT.2013.2250516.
103. Chien, J.-C.; Yeh, E.-C.; Lee, L.P.; Anwar, M.; Niknejad, A.M. A Microwave Reconfigurable Dielectric-Based Glucose Sensor with 20 Mg/DL Sensitivity at Sub-NL Sensing Volume in CMOS. In Proceedings of the 2015 IEEE MTT-S International Microwave Symposium; May 2015; pp. 1–4.
104. Stuchly, S.S.; Bassegy, C.E. Microwave Coplanar Sensors for Dielectric Measurements. *Meas. Sci. Technol.* **1998**, *9*, 1324–1329, doi:10.1088/0957-0233/9/8/027.
105. Hong, J.-S.; Lancaster, M.J. *Microstrip Filters for RF/Microwave Applications*; Wiley: New York, 2001; ISBN 978-0-471-46420-4.
106. Ogunlade, O.; Pollard, R.D.; Hunter, I.C. A New Method of Obtaining the Permittivity of Liquids Using In-Waveguide Technique. *IEEE Microwave and Wireless Components Letters* **2006**, *16*, 363–365, doi:10.1109/LMWC.2006.875594.
107. Girault, P.; Lorrain, N.; Poffo, L.; Guendouz, M.; Lemaitre, J.; Carré, C.; Gadonna, M.; Bosc, D.; Vignaud, G. Micro-Résonateurs Intégrés Pour Des Applications Capteurs. In Proceedings of the Optique Bretagne 2015 - 35ème Journées Nationales d'Optique Guidée (JNOG'35); Rennes, France, July 2015.
108. Boughriet, A.-H.; Legrand, C.; Chapoton, A. Noniterative Stable Transmission/Reflection Method for Low-Loss Material Complex Permittivity Determination. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques* **1997**, *45*, 52–57, doi:10.1109/22.552032.
109. Akuthota, B.; Zoughi, R.; Kurtis, K.E. Determination of Dielectric Property Profile in Cement-Based Materials Using Microwave Reflection and Transmission Properties. In Proceedings of the Proceedings of the 21st IEEE Instrumentation and Measurement

- Technology Conference (IEEE Cat. No.04CH37510); May 2004; Vol. 1, pp. 327-332 Vol.1.
110. Ueda, N.; Kuriyama, Y.; Nishikata, A.; Fukunaga, N.; Watanabe, S.; Yamanaka, Y. Liquid Material's Complex Permittivity Measurement Using Seamless Dielectric Tube and Rectangular Waveguide. In Proceedings of the 2004 Asia-Pacific Radio Science Conference, 2004. Proceedings.; August 2004; pp. 537-.
  111. Baker-Jarvis, J.; Janezic, M.D.; Grosvenor, J.H.J.; Geyer, R.G. Transmission/Reflection and Short-Circuit Line Methods for Measuring Permittivity and Permeability. 124.
  112. Esteban, H.; Catala-Civera, J.M.; Cogollos, S.; Boria, V.E. Characterization of Complex Permittivity Properties of Materials in Rectangular Waveguides Using a Hybrid Iterative Method. *IEEE Microw. Guid. Wave Lett.* **2000**, *10*, 186–188, doi:10.1109/75.850372.
  113. Grenier, K.; Dubuc, D.; Poleni, P.; Kumemura, M.; Toshiyoshi, H.; Fujii, T.; Fujita, H. Integrated Broadband Microwave and Microfluidic Sensor Dedicated to Bioengineering. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques* **2009**, *57*, 3246–3253, doi:10.1109/TMTT.2009.2034226.
  114. Khanna, Y.; Awasthi, Y.K. Dual-Band Microwave Sensor for Investigation of Liquid Impurity Concentration Using a Metamaterial Complementary Split-Ring Resonator. *Journal of Elec Materi* **2020**, *49*, 385–394, doi:10.1007/s11664-019-07761-y.
  115. Withayachumnankul, W.; Jaruwongrungrsee, K.; Tuantranont, A.; Fumeaux, C.; Abbott, D. Metamaterial-Based Microfluidic Sensor for Dielectric Characterization. *Sensors and Actuators A: Physical* **2013**, *189*, 233–237, doi:10.1016/j.sna.2012.10.027.
  116. Boybay, M.S.; Ramahi, O.M. Material Characterization Using Complementary Split-Ring Resonators. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* **2012**, *61*, 3039–3046, doi:10.1109/TIM.2012.2203450.
  117. Juan, C.G.; Potelon, B.; Quendo, C.; Bronchalo, E.; Sabater-Navarro, J.M. Highly-Sensitive Glucose Concentration Sensor Exploiting Inter-Resonators Couplings. In Proceedings of the 2019 49th European Microwave Conference (EuMC); October 2019; pp. 662–665.
  118. Chretiennot, T.; Dubuc, D.; Grenier, K. A Microwave and Microfluidic Planar Resonator for Efficient and Accurate Complex Permittivity Characterization of Aqueous Solutions. *IEEE Trans. Microwave Theory Techn.* **2013**, *61*, 972–978, doi:10.1109/TMTT.2012.2231877.
  119. Salim, A.; Memon, M.U.; Jeong, H.; Lim, S. Simplified Approach to Detect Dielectric Constant Using a Low-Cost Microfluidic Quarter Mode Substrate-Integrated Waveguide. *Sensors* **2020**, *20*, 4985, doi:10.3390/s20174985.
  120. Bahar, A.A.M.; Zakaria, Z.; Isa, A.A.; Dasril, Y.; Rashid, S.R.A.; Alahnomi, R.A. The Dielectric Constant Analysis for Aqueous Characterization Using Split Ring Resonator Sensor. *9*, 6.
  121. Velez, P.; Su, L.; Grenier, K.; Mata-Contreras, J.; Dubuc, D.; Martin, F. Microwave Microfluidic Sensor Based on a Microstrip Splitter/Combiner Configuration and Split Ring Resonators (SRRs) for Dielectric Characterization of Liquids. *IEEE Sensors J.* **2017**, *17*, 6589–6598, doi:10.1109/JSEN.2017.2747764.
  122. Mohd Bahar, A.A.; Zakaria, Z.; Md. Arshad, M.K.; Isa, A.A.M.; Dasril, Y.; Alahnomi, R.A. Real Time Microwave Biochemical Sensor Based on Circular SIW Approach for Aqueous Dielectric Detection. *Sci Rep* **2019**, *9*, 5467, doi:10.1038/s41598-019-41702-3.

123. Salim, A.; Kim, S.-H.; Park, J.Y.; Lim, S. Microfluidic Biosensor Based on Microwave Substrate-Integrated Waveguide Cavity Resonator. *Journal of Sensors* **2018**, *2018*, 1–13, doi:10.1155/2018/1324145.
124. Korostynska, O.; Nakouti, I.; Mason, A.; Al-Shamma'a, A.I. Planar Electromagnetic Wave Sensor for Instantaneous Assessment of Pesticides in Water. In Proceedings of the 2013 Seventh International Conference on Sensing Technology (ICST); IEEE: Wellington, New Zealand, December 2013; pp. 942–947.
125. Park, S.J.; Cunningham, J. Effect of Substrate Etching on Terahertz Metamaterial Resonances and Its Liquid Sensing Applications. *Sensors* **2020**, *20*, 3133, doi:10.3390/s20113133.
126. Hillier, A.J.R.; Makarovaite, V.; Gourlay, C.W.; Holder, S.J.; Batchelor, J.C. A Passive UHF RFID Dielectric Sensor for Aqueous Electrolytes. *IEEE Sensors J.* **2019**, *19*, 5389–5395, doi:10.1109/JSEN.2019.2909353.
127. Abd Rahman, N.; Zakaria, Z.; Abd Rahim, R.; Dasril, Y.; Mohd Bahar, A.A. Planar Microwave Sensors for Accurate Measurement of Material Characterization: A Review. *TELKOMNIKA* **2017**, *15*, 1108, doi:10.12928/telkomnika.v15i3.6684.
128. Liu, W.; Sun, H.; Xu, L. A Microwave Method for Dielectric Characterization Measurement of Small Liquids Using a Metamaterial-Based Sensor. *Sensors* **2018**, *18*, 1438, doi:10.3390/s18051438.
129. Ansari, M.A.H.; Jha, A.K.; Akhtar, M.J. Permittivity Measurement of Common Solvents Using the CSRR Based Sensor. In Proceedings of the 2015 IEEE International Symposium on Antennas and Propagation USNC/URSI National Radio Science Meeting; July 2015; pp. 1199–1200.
130. Collin, R.E. Foundations for Microwave Engineering. 945.
131. Jones, E.M.T.; Matthaei, G.; Young, L. *Microwave Filters, Impedance-Matching Networks, and Coupling Structures*; Unabridged édition.; Artech House Publishers: Norwood, Mass, 1980; ISBN 978-0-89006-099-5.
132. Mailladil, S. *Dielectric Materials for Wireless Communication*; 1st ed.;
133. Bahar, A.A.M.; Zakaria, Z.; Ruslan, E.; Isa, A.A. CIRCULAR MICROFLUIDIC SUBSTRATE INTEGRATED WAVEGUIDE RESONATOR SENSOR FOR MATERIALS CHARACTERIZATION. **2016**, *11*, 5.
134. Alahnomi, R.A.; Zakaria, Z.; Ruslan, E.; Mohd Bahar., A.A.; Ab Rashid, S.R. High Sensitive Microwave Sensor Based on Symmetrical Split Ring Resonator for Material Characterization. *Microw. Opt. Technol. Lett.* **2016**, *58*, 2106–2110, doi:10.1002/mop.29979.
135. Byford, J.A.; Park, K.Y.; Chahal, P. Metamaterial Inspired Periodic Structure Used for Microfluidic Sensing. In Proceedings of the 2015 IEEE 65th Electronic Components and Technology Conference (ECTC); May 2015; pp. 1997–2002.
136. Changjun Liu; Fan Tong An SIW Resonator Sensor for Liquid Permittivity Measurements at C Band. *IEEE Microw. Wireless Compon. Lett.* **2015**, *25*, 751–753, doi:10.1109/LMWC.2015.2479851.
137. Hofmann, M.; Fersch, T.; Weigel, R.; Fischer, G.; Kissinger, D. A Novel Approach to Non-Invasive Blood Glucose Measurement Based on RF Transmission. In Proceedings of the 2011 IEEE International Symposium on Medical Measurements and Applications; May 2011; pp. 39–42.
138. Jones, E.M.T.; Matthaei, G.; Young, L. In *Microwave Filters, Impedance-Matching Networks, and Coupling Structures*; Artech House Publishers: Norwood, Mass, 1980; pp. 149–155 ISBN 978-0-89006-099-5.

## **CHAPITRE II**

### **CARACTERISATION DIELECTRIQUE DES SOLUTIONS AQUEUSES**

Ce chapitre examine en détail les propriétés diélectriques observées pour des solutions de chlorure de sodium, de sucrose et de lactate en basse fréquence et aux fréquences micro-ondes. Les méthodes de mesure de la permittivité qui ont été passées en revue au chapitre I, sont utilisées pour la caractérisation large bande des différents échantillons.



## Sommaire

<b>Chapitre II : Caractérisation diélectrique des solutions aqueuses</b> .....	75
Introduction.....	75
1. Extraction des paramètres.....	76
2. Modèles matériaux .....	78
2.1. Systèmes binaires.....	78
2.1.1. Solution de chlorure de sodium.....	78
A. Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température constante .....	79
B. Extraction des propriétés diélectriques .....	81
C. Viscosité et conductivité ionique .....	82
D. Comparaison avec les modèles existants .....	84
2.1.2. Solution de sucrose.....	85
A. Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température constante .....	87
B. Extraction des propriétés diélectriques .....	88
C. Comparaison avec les modèles existants .....	90
2.2. Systèmes ternaires.....	91
2.2.1. Interaction entre viscosité (Sucrose) et conductivité (NaCl).....	91
2.2.2. Préparation des mélanges .....	92
A. Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température constante .....	92
B. Extraction des propriétés diélectriques .....	94
2.2.3. Modélisation du système ternaire.....	98
2.2.4. Méthodologie de détermination d'un couple de concentrations (à partir de la permittivité).....	101
2.3. Liquide physiologique (Lactate de sodium) .....	103
A. Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température constante .....	104
B. Extraction des propriétés diélectriques .....	105
C. Modélisation polynomiale .....	108
Conclusion .....	108
Références bibliographiques du chapitre II .....	111



---

## Chapitre II : Caractérisation diélectrique des solutions aqueuses

### Introduction

---

Les capteurs résonants présentés au chapitre précédent sont essentiels à la conception de composants micro-ondes car ils offrent de nombreux avantages pour l'analyse des propriétés électromagnétiques des matériaux diélectriques [1]. Le développement de tels dispositifs pour l'analyse de liquides nécessite tout d'abord une connaissance parfaite des lois comportementales des interactions entre champs électromagnétiques et matériaux, car les propriétés électriques du matériau concerné feront partie de la fonctionnalité du dispositif. C'est pourquoi de nombreuses recherches se sont orientées vers les interactions entre champs électromagnétiques et matériau.

Des informations précieuses sur les propriétés caractéristiques des liquides peuvent être obtenues à partir de mesures diélectriques [2]. La connaissance précise de ces propriétés est essentielle à la compréhension des mécanismes de couplage matériau/champ électromagnétique. Cette compréhension est primordiale pour développer des modèles qui seront intégrés dans les codes de simulation, pour le dimensionnement, pour l'optimisation et aussi pour faciliter le développement des capteurs planaires. Hélas, les propriétés physiques des liquides dépendent de leur nature et structures moléculaires qui ne sont pas toujours connues de manière précise ; d'où la nécessité d'une caractérisation du liquide. L'objectif de ce chapitre est d'utiliser une technique de sonde coaxiale à extrémité ouverte pour mesurer la permittivité diélectrique complexe afin de caractériser les liquides dans le domaine des micro-ondes. Ces caractérisations impliquent généralement la mesure de la permittivité complexe en fonction de la température et de la fréquence. Dans ce contexte il est nécessaire de développer des modèles capables de décrire le comportement électrique des liquides exposés aux champs électromagnétiques pour les solutions étudiées à la fréquence et à la température désirées.

Pour atteindre cet objectif, des mesures expérimentales de la permittivité pour des mélanges binaires (chlorure de sodium/eau, sucre/eau), ternaires (Eau/chlorure de sodium/sucrose) et du liquide biologique (lactate de sodium) ont été effectuées. Dans la



première partie de ce chapitre nous commençons par analyser et interpréter l'interaction entre le champ électromagnétique et les mélanges binaires et présentons les résultats expérimentaux. Dans la deuxième partie de ce chapitre, en se servant des conclusions tirées de l'étude des mélanges binaires, nous présentons des données expérimentales effectuées pour des mélanges ternaires d'eau/chlorure de sodium/sucrose et le modèle développé, qui permettent de déterminer les concentrations en solution. Enfin une partie sera consacrée à des solutions aqueuses de lactate de sodium. Dans la troisième partie de ce chapitre, nous démontrerons l'application du modèle du mélange ternaire développé pour la détermination des concentrations en solution.

## 1. Extraction des paramètres

Les mesures large-bandes obtenues à partir d'une sonde coaxiale nous fournissent un ensemble de données sous forme de paramètre  $S_{11}$ . A partir de ce paramètre  $S_{11}$ , et en s'appuyant sur le calibrage à l'aide d'éléments de référence (court-circuit, circuit ouvert et eau pure à une température donnée), il est possible d'extraire la permittivité diélectrique complexe en fonction de la fréquence. Ce sont ces courbes que nous essaierons de modéliser.

L'ajustement de courbe est une technique qui permet de décrire une courbe de points expérimentaux par une fonction mathématique dont les paramètres sont optimisés. Il existe diverses approches d'extraction paramétrique décrites dans la littérature [3]. Pour ajuster un modèle à des points de données afin d'extraire ces paramètres, une approche standard est la méthode des moindres carrés. Cette méthode consiste en un cas de régression où les points de données à ajuster sont modélisés par une fonction qui est une combinaison non linéaire d'un ou plusieurs paramètres ou d'une ou plusieurs variables indépendantes [4]. La méthode peut être mise en œuvre dans Matlab<sup>TM</sup> avec la fonction «nlinfit» qui permet d'optimiser un modèle paramétrique non linéaire à une courbe expérimentale de points de mesures [3]. Dans ce travail, nous avons choisi d'étudier deux solutés bien connus qui influencent le comportement de la permittivité de différentes manières. Premièrement, le chlorure de sodium a été utilisé pour ajouter des ions dissous et modifier principalement le comportement conducteur de la solution. Deuxièmement, le sucrose a été utilisé pour augmenter la viscosité et modifier principalement le comportement dipolaire de la solution. La Figure II.1 ci-dessous montre le processus d'ajustement et d'extraction des paramètres de Cole-Cole pour une solution ionique (de chlorure de sodium). Les marqueurs (rond) montrent les données mesurées et les lignes pleines représentent les points issus du modèle de Cole-Cole optimisé.

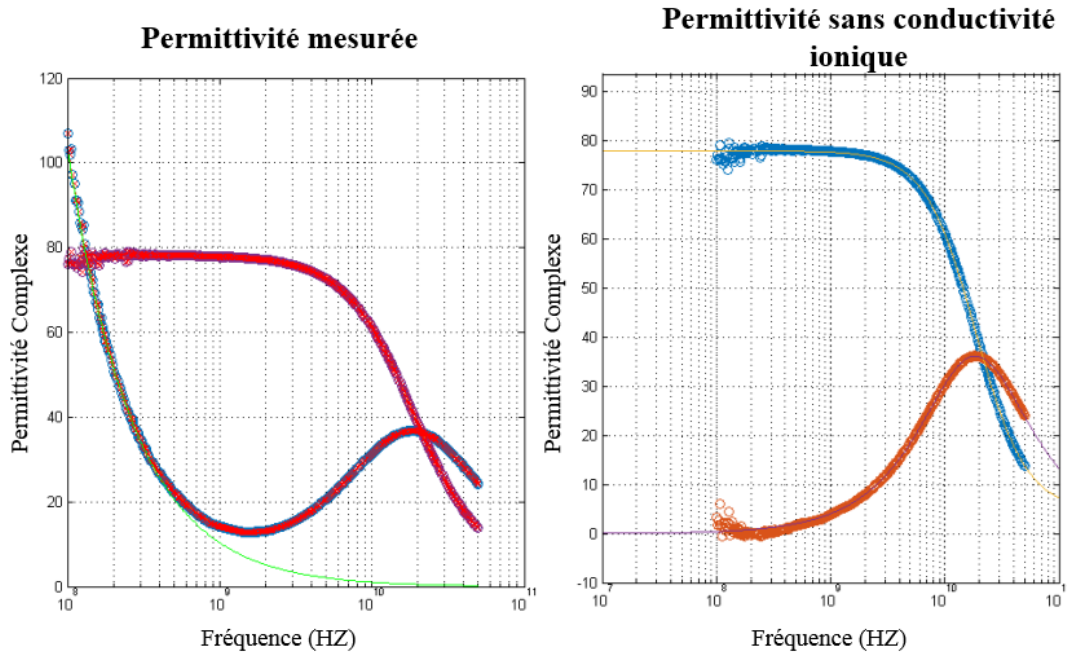


Figure II.1: Extraction des paramètres de Cole-Cole d'une solution aqueuse de NaCl (partie ionique (a) et dipolaire (b))

Les mesures ont été réalisées à l'aide de la méthode de la sonde coaxiale ouverte (sonde Keysight N1501A-104 et analyseur de réseau vectoriel Keysight N5235A PNA-L) dans la gamme de fréquences [100 MHz - 50 GHz] à température ambiante (23°C). Un code d'ajustement de courbe Matlab a été développé au laboratoire pour extraire les valeurs des paramètres du modèle Cole-Cole ( $\epsilon_\infty, \epsilon_s, \tau, \sigma$ ) (équation I.10) qui s'adaptent le mieux à la permittivité complexe mesurée. On commence par ajuster la partie imaginaire de la permittivité en basse fréquence pour extraire la conductivité ionique (Figure II.1a). Ensuite, le comportement conducteur est soustrait de la mesure pour ne garder que le comportement dipolaire. Enfin, les paramètres du modèle de Cole-Cole sont déterminés à partir de l'ajustement des parties imaginaires et réelles de la permittivité dipolaire.

La première étape dans la caractérisation des mélanges consiste à comprendre le rôle du chlorure de sodium dans la modification de la permittivité d'une solution aqueuse.

## **2. Modèles des matériaux**

### **2.1. Systèmes binaires**

Un système binaire est un cas particulier du système multi-composants dans lequel deux substances qui sont complètement miscibles l'une avec l'autre, et dont la composition peut changer dans certaines limites, sont présents. C'est un système dans lequel le composant principal est appelé le solvant et l'autre, le soluté. Deux mélanges binaires d'eau déionisée avec des molécules de chlorure de sodium d'une part et de sucrose d'autre part ont été étudiés. Cette partie présente la modélisation et la caractérisation de tels systèmes.

#### **2.1.1. Solution de chlorure de sodium**

Les différentes propriétés physico-chimiques des liquides ioniques dépendent de la taille et de la nature des ions (cation et anion) qui le constituent. Nous avons vu que les molécules d'eau (figure I.10 chapitre I), forment plusieurs liaisons hydrogènes entre elles et s'organisent en réseau tétraédrique. Lorsqu'un soluté électrolytique (chlorure de sodium) pénètre dans l'eau, il se dissociera pour produire des cations (charges positives) et des anions (charges négatives), qui vont se disperser dans la solution sous l'effet de l'agitation thermique et interagir avec les molécules d'eau jusqu'à former un mélange homogène. Ces interactions simultanées solvant-solvant et ion-solvant appelées solvation, entraînent de nombreuses ruptures dans la chaîne de liaisons hydrogène de l'eau, et l'arrangement tétraédrique du solvant (eau) va ainsi perdre de sa coopérativité. La relative petite taille de ces molécules d'eau fait que plusieurs d'entre elles entourent les ions et interagissent avec eux. Les charges négatives de l'eau attirent les régions positivement chargées du soluté, et les charges positives de l'eau attirent les régions négativement chargées du soluté. La Figure II. 2 présente le phénomène de solvation du chlorure de sodium dans l'eau [5].

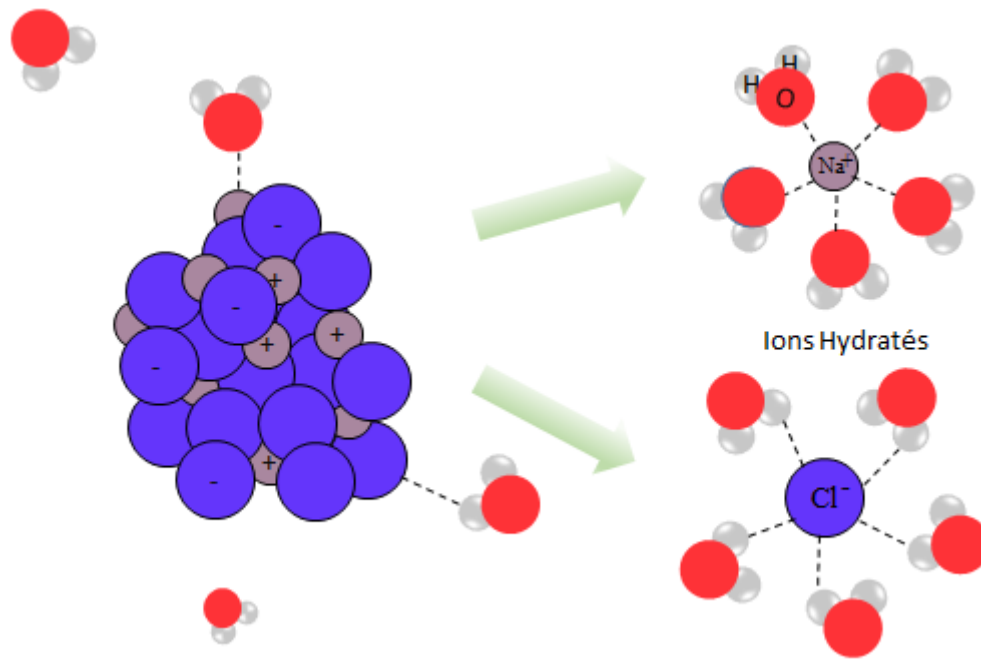


Figure II. 2: Solvation des ions en solution

La structure des molécules autour d'un ion est différente pour le cation ou l'anion. Le cation attire les molécules d'eau par leur partie négative (c'est-à-dire par l'oxygène), tandis que l'anion les attire par leur partie positive (c'est à dire hydrogène). Les molécules d'eau entourant les ions sont moins libres de participer à la polarisation d'orientation 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 du chlorure de sodium à diverses concentrations.

### A. Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température constante

Les propriétés diélectriques de solution aqueuse de chlorure de sodium ont été intensivement étudiées dans la littérature [6–8]. Le chlorure de sodium se dissout en cation sodium et anion chlorure, ce qui lui confère un caractère ionique et contribue à rendre la solution conductrice. En présence d'un champ électrique, les ions se déplacent en fonction de leur mobilité, qui dépend fortement de la viscosité de la solution (équation I.4). En effet, la conductivité ionique est proportionnelle à la concentration de chlorure de sodium dans la solution et inversement proportionnelle à la viscosité (équation I.5). Il est intéressant de noter que la température influence la viscosité, ceci est mis en évidence dans différents travaux de recherche et présenté sur la figure I.12 du chapitre I. La permittivité de la solution aqueuse de chlorure de sodium peut être exprimée selon l'équation (I.10) de Cole-Cole plus conductivité.

Selon cette équation, la conductivité induite par les ions dissous ajoute une contribution supplémentaire aux pertes exprimées par la partie imaginaire de la permittivité généralisée. Pour mettre en évidence les effets de solvation et construire un modèle électromagnétique, des caractérisations de solutions aqueuses de chlorure de sodium de différentes concentrations ont été réalisées à température ambiante. Les solutions ont été réalisées en diluant du chlorure de sodium de Merck (6404) dans de l'eau déionisée. Le chlorure de sodium a été pesé grâce à une balance de précision de Kern Tab. Les concentrations obtenues de chlorure de sodium dans la solution étaient respectivement de 0.051 mol/L, 0.103 mol/L et 0.154 mol/L. La Figure II.3 présente l'évolution des permittivités diélectriques des solutions de chlorure de sodium en fonction de la fréquence (100 MHz à 50 GHz) pour différentes concentrations de chlorure de sodium.

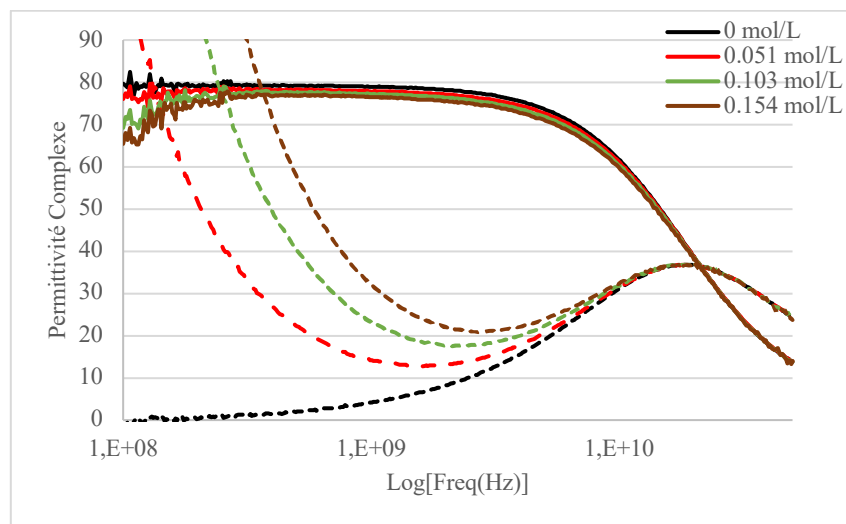


Figure II.3: La réponse de la permittivité réelle et imaginaire du Chlorure de Sodium

Le résultat des mesures illustrées à la Figure II.3 montre la dépendance en fréquence de la permittivité complexe aux basses fréquences et le comportement de relaxation de l'eau aux fréquences plus élevées. Le Chlorure de sodium dissout dans les solutions aqueuses apporte une conductivité ionique aux basses fréquences du fait de la présence d'ions libres de se déplacer. De plus la présence du chlorure de sodium dans l'eau abaisse légèrement la partie réelle de la permittivité. Aux fréquences hautes, quelle que soit la salinité des solutions considérées, la fréquence de relaxation dipolaire reste proche de 20 GHz à température ambiante. On constate aussi que plus la conductivité est grande, et plus l'effet sera visible jusqu'à des fréquences élevées sur la partie imaginaire de la permittivité diélectrique et masquera la relaxation dipolaire dans le domaine de basses fréquences.

## B. Extraction des propriétés diélectriques

Les données diélectriques mesurées pour toutes les concentrations de chlorure de sodium (NaCl) ont été ajustées au modèle de Cole-Cole comme décrit ci-dessus. Pour les concentrations élevées, des incertitudes de mesure apparaissent à basse fréquence en raison des effets de polarisation de l'électrode [9]. Les premiers points de fréquence de la permittivité mesurée ont donc été ignorés pour l'ajustement de la courbe des concentrations élevées. Les paramètres ajustés au modèle sont présentés dans le Tableau II.1. Pour chaque optimisation une erreur quadratique minimale sur toute la gamme de concentration est vérifiée.

Tableau II.1: Paramètre de Cole-Cole de la solution aqueuse de chlorure de sodium

Concentration (mol/L)	$\epsilon_\infty$	$\epsilon_s$	$\tau(s)$	$\sigma(mS/Cm)$	$\alpha$
0	4.55	79.28	8.70E-12	0	0.011
0.051	4.65	77.99	8.58E-12	5.76	0.016
0.102	5.31	76.80	8.54E-12	10.92	0.024
0.154	4.60	75.97	8.47E-12	15.99	0.030

D'après ce tableau, on peut remarquer que  $\epsilon_\infty$  change légèrement avec la concentration en Chlorure de Sodium, mais cela n'a pas d'impact sur la qualité du modèle. La Figure II.4 représente les différents paramètres de Cole-Cole en fonction de la concentration du Chlorure de sodium. Ces grandeurs peuvent être approximées par des fonctions linéaires avec un bon coefficient de régression.

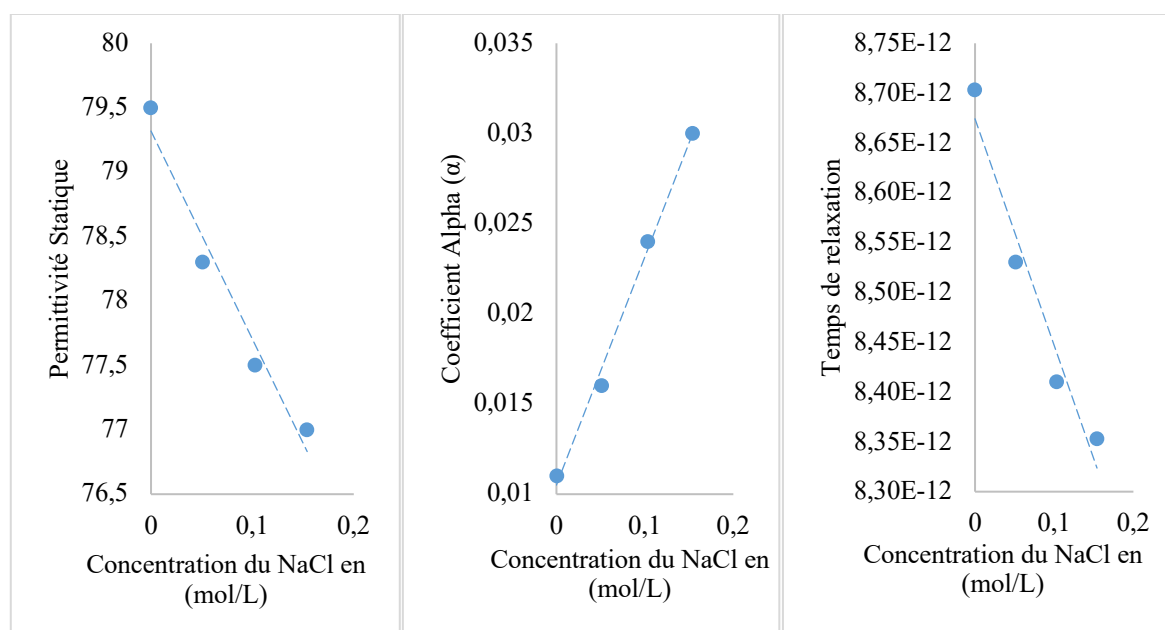


Figure II.4: Variation des paramètres de Cole-Cole en fonction de la concentration du chlorure de sodium

La permittivité statique  $\epsilon_s$  donne un aperçu des mécanismes de polarisation possibles présents au niveau moléculaire des solutions ioniques. La polarisabilité statique des mélanges (chlorure de sodium-Eau) étant liée aux molécules d'eau, l'augmentation de la concentration en chlorure de sodium entraîne une diminution de la concentration en eau, et donc une diminution de la polarisabilité statique globale du matériau. Les données indiquent que  $\epsilon_s$ , la valeur limite de la partie réelle de la permittivité diélectrique aux basses fréquences, diminue de manière significative avec l'augmentation de la concentration. Ceci est la conséquence, d'une part, de la diminution de la concentration en eau lorsque la concentration de chlorure de sodium augmente et, d'autre part, de l'interaction ion-solvant qui entraîne une liaison non rotationnelle de la molécule d'eau à proximité des ions.

$\tau$ , le temps de relaxation, diminue légèrement lorsque la concentration en chlorure de sodium augmente. Ce comportement est assez inattendu car l'augmentation de la concentration en soluté conduit généralement à augmenter la viscosité et donc à diminuer le temps de relaxation. Cependant, dans les solutions de chlorure de sodium, la viscosité n'augmente que très peu avec la concentration [10]. De plus, le système de solution aqueuse de chlorure de sodium présente une double nature avec une interaction eau-cation qui tend à déplacer le maximum des pertes (relaxation dipolaire) vers les basses fréquences alors que l'interaction eau-anion tend à déplacer le maximum des pertes vers les hautes fréquences [11]. La somme de ces contributions conduit à un déplacement global du maximum des pertes vers les hautes fréquences et ainsi à un temps de relaxation qui diminue.

Le paramètre  $\alpha$  augmente légèrement lorsque la concentration en chlorure de sodium augmente. La présence du chlorure de sodium en solution conduit à un élargissement des pertes de relaxation qui est bien décrit par la dispersion du temps de relaxation.

### **C. Viscosité et conductivité ionique**

La conductivité ionique de la solution de chlorure de sodium est un paramètre clé pour évaluer la performance de la solution. La relation entre la conductivité extraite des caractérisations large bande et la concentration du chlorure de sodium en solution est décrite dans la Figure II.5 selon les données du Tableau II.1.

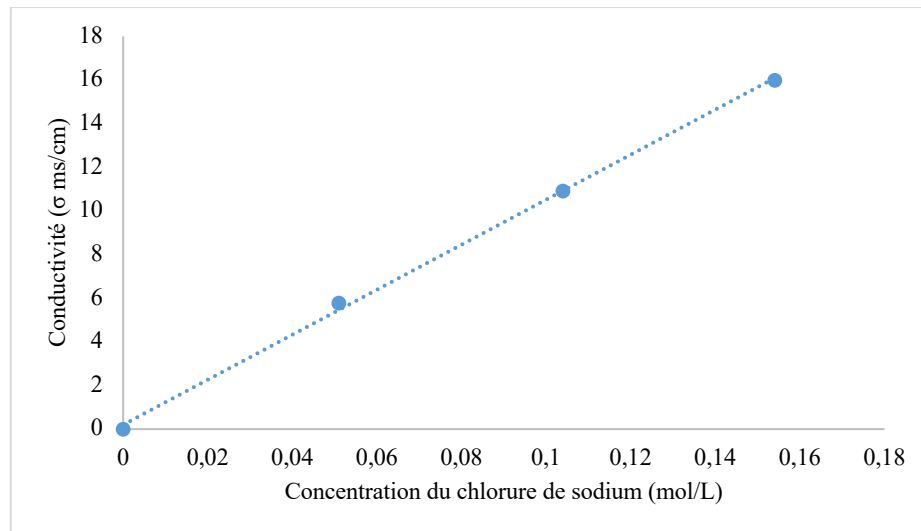


Figure II.5: Variation de la Conductivité statique en fonction de la concentration de chlorure de sodium.

Le résultat illustré par la Figure II.5 montre que la conductivité augmente presque linéairement avec l'augmentation de la concentration en Chlorure de Sodium. La concentration de sel dans l'eau détermine sa conductivité. Plus la concentration en sel est importante, plus la conductivité est élevée. Des mesures de référence de la conductivité ont été effectuées avec la méthode par conductimétrie du chapitre I pour les solutions afin de consolider la cohérence des valeurs extraites de la modélisation large bande. La Figure II.6 montre le très bon accord entre la conductivité extraite des caractérisations large bande et la conductivité mesurée. Ceci valide parfaitement la méthode d'extraction utilisée.

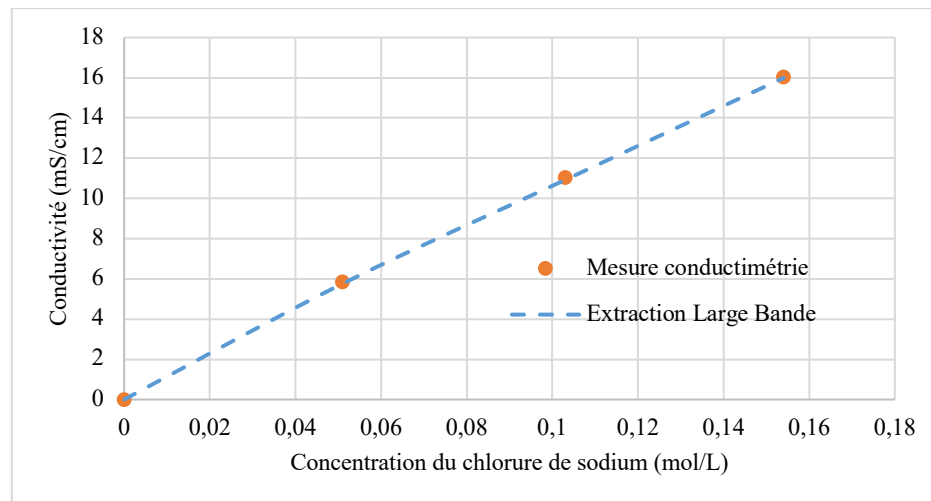


Figure II.6: Comparaison des résultats entre la caractérisation large bande et la mesure en conductimétrie

Un autre paramètre important des solutions aqueuses de chlorure de sodium est la viscosité. Elle est fondamentale pour la compréhension des différents processus qui se produisent dans la solution sous l'effet du champ électrique. La Figure II.7 illustre la variation de la viscosité dynamique du milieu (Pa.S) en fonction de la concentration massique



(mol/Kg), provenant des données obtenues grâce à la littérature [12]. Dans [12] les mesures de viscosité ont été effectuées pour une gamme de température allant de 20 à 80°C, par palier de 10°C. La mesure est répétée 8 fois par valeur de température afin d'obtenir une valeur moyenne.

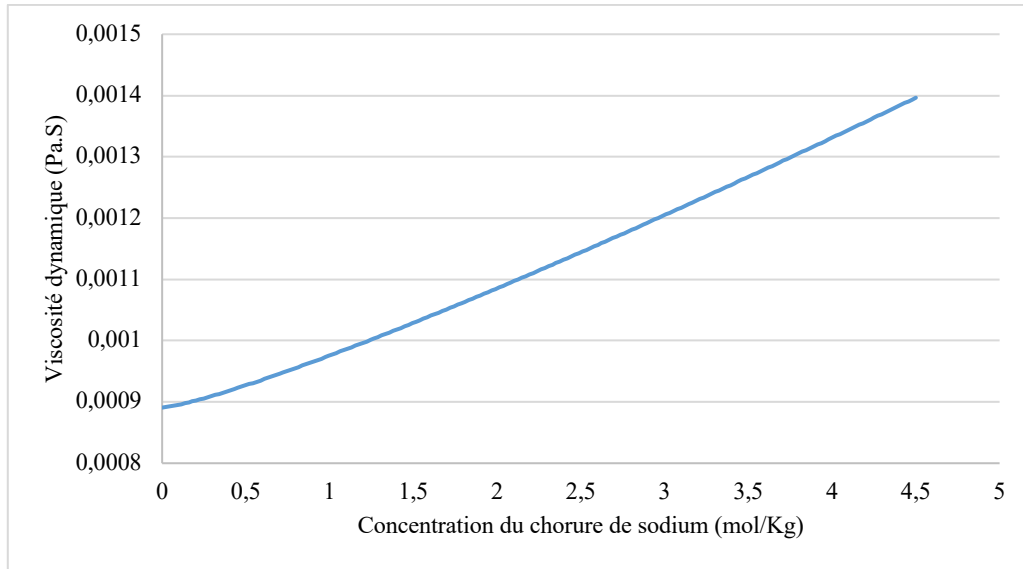


Figure II.7: Variation de la viscosité dynamique en fonction de la concentration à 293K.

La Figure II.7 montre que, la viscosité de la solution aqueuse de chlorure de sodium varie presque linéairement. Celle-ci varie très peu par rapport à celle de l'eau. Ainsi, en présence d'un champ électrique, les ions se déplacent à une certaine vitesse, qui est fonction de la viscosité et de l'amplitude du champ électrique appliqué. Il est intéressant de noter que la température a une grande influence sur les paramètres de Cole-Cole et sur la viscosité. Différents travaux de recherche [12,13] le mettent en évidence.

#### **D. Comparaison avec les modèles existants**

Pour déterminer la précision de la méthode expérimentale, les points expérimentaux du tableau 1 extraits de la caractérisation des solutions aqueuses de chlorure de sodium (NaCl) ont été comparés aux résultats de la littérature (Peyman). La Figure II.8 montre l'allure de permittivité statique et de conductivité électrique obtenus des valeurs expérimentales et théoriques données par les modèles de la littérature vus au chapitre I (équations I.16 et I.17) et celle des mesures de caractérisation.

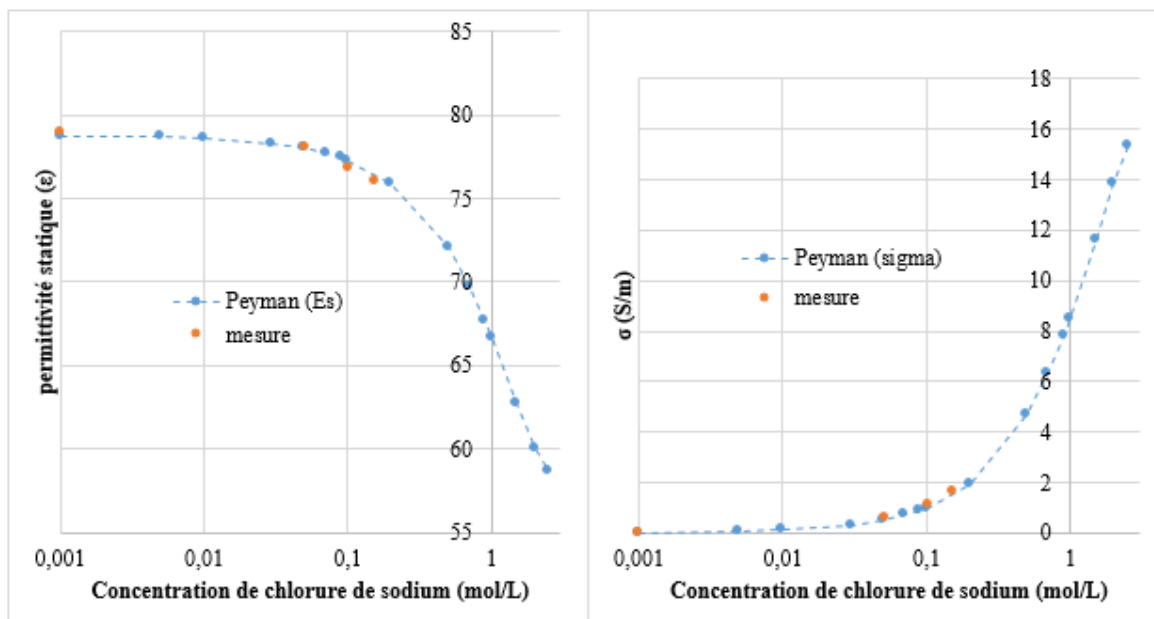


Figure II.8: Comparaison des données de la littérature et celle issue des mesures du chlorure de sodium

On constate clairement que la permittivité mesurée du chlorure de sodium est en bon accord avec les données rapportées dans la littérature. Le désaccord moyen entre les mesures expérimentales de permittivité et les données de [7] est de 1.0 %. Cette corrélation entre les données mesurées (expérimentales) et les données de la littérature, confirme que la technique d'extraction paramétrique de Cole-Cole est adaptée aux liquides ioniques. De même, la valeur de  $\sigma$  est similaire à celle de [7] pour le chlorure de sodium.

L'étape suivante vers l'analyse des mélanges ternaires consiste à comprendre le rôle et la réponse du sucrose dilué dans une solution aqueuse.

### 2.1.2. Solution de sucrose

Le sucrose est un disaccharide, formé à partir du monosaccharide glucose associé à un monosaccharide fructose. Elle se compose, d'atomes de carbone, d'hydrogène et d'oxygène, et a pour formule brute  $C_{12}H_{22}O_{11}$ . La structure du sucrose a été confirmée par plusieurs preuves physiques et chimiques dans la littérature [14].

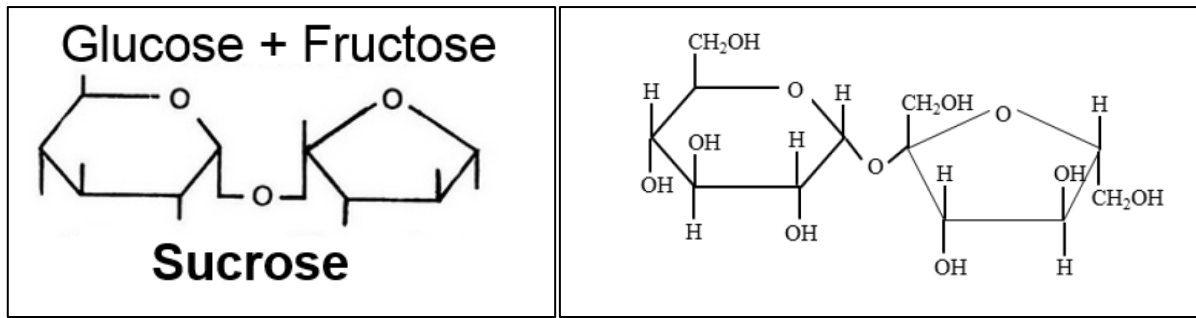


Figure II.9: Structure du Sucrose

Le sucrose est une substance qui possède un moment dipolaire. Elle est non électrolytique, c'est-à-dire qu'elle ne laisse pas passer de courant électrique lorsqu'elle est en solution. La molécule de sucrose a été choisie car elle affecte grandement la viscosité des solutions aqueuses et ne présente pas de caractère ionique. La Figure II.9 représente la molécule de sucrose, dont la structure principale consiste en un cycle pyronique. Lorsque le sucrose est dissout dans l'eau, les molécules du soluté vont se mélanger à celles de l'eau sans rupture de liaison jusqu'à ce que la solution devienne homogène.

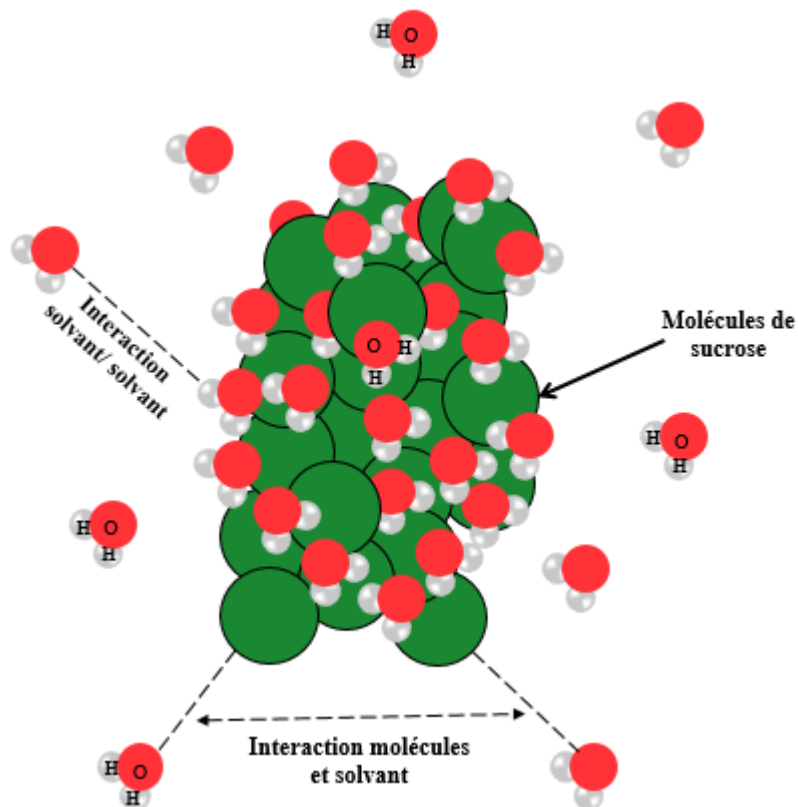


Figure II.10: Phénomènes d'hydratation du sucrose dans l'eau déionisée

La Figure II.10 est une illustration de la dissolution du sucrose dans l'eau déionisée. Quand un soluté polaire (sucrose) se trouve dans un environnement aqueux, il interagit avec les molécules d'eau en brisant certaines liaisons hydrogène. Des liaisons intermoléculaires

vont ensuite s'établir entre la molécule d'eau et elle-même, mais également entre les molécules d'eau et le soluté (Sucrose). On parle alors de phénomène d'hydratation. Les liaisons hydrogène affaiblissent les liaisons intramoléculaires créées entre les molécules d'eau et le sucrose. Par conséquent la molécule d'eau va tendre à se restructurer en groupe plus stables au voisinage du soluté pour minimiser l'énergie libre de la solution.

### A. Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température constante

Pour chaque échantillon de la solution aqueuse de sucrose, le comportement électrique est modélisé par un processus de polarisation simple, représenté par une fonction de Cole-Cole présentée au chapitre I. Ainsi, pour mettre en évidence les effets du sucrose sur les propriétés EM, une caractérisation de la permittivité de solutions aqueuses de sucrose a été réalisée. Les solutions ont été réalisées à partir de sucrose commercial dissout dans de l'eau déionisée. Le sucrose a été pesé grâce à une balance de précision Precisa XB1200C. Les concentrations de sucrose obtenues dans les solutions étaient respectivement de 0.293 mol/L, 0.585 mol/L et 0.879 mol/L. Des caractérisations large bande (100 MHz-50 GHz) ont été réalisées sur du Sucrose dilué dans de l'eau pour regarder l'évolution fréquentielle de la permittivité diélectrique. Les mesures ont été effectuées à la température ambiante. La Figure II.11 présente le spectre des parties réelle et imaginaire de la permittivité en fonction de la fréquence pour les solutions aqueuses de sucrose à différentes concentrations.

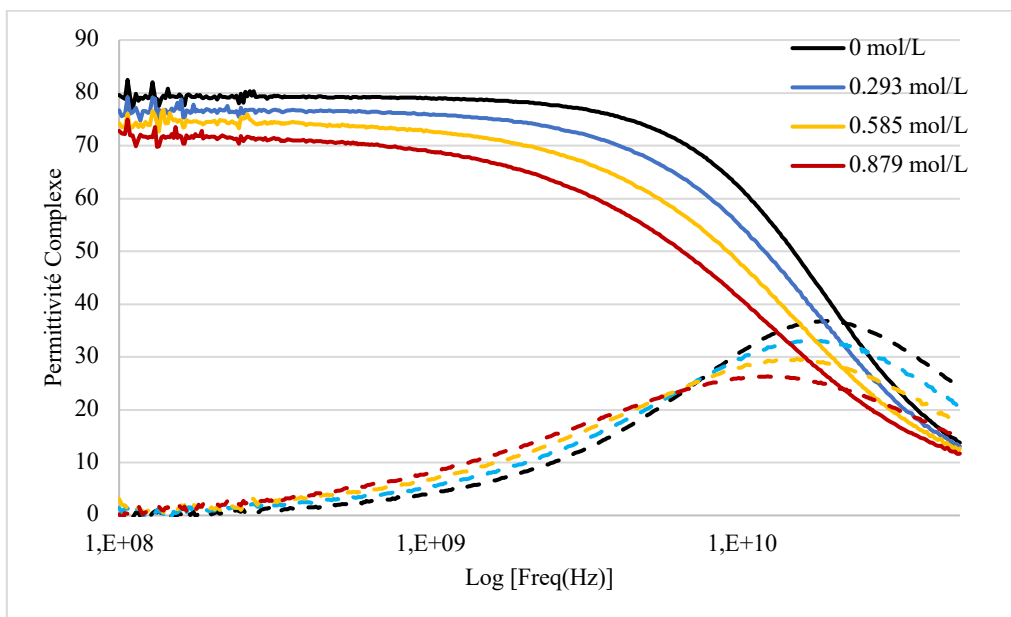


Figure II.11: évolution de la permittivité statique du sucrose en solution

On peut remarquer que les parties réelle et imaginaire varient en fonction de la concentration. De plus les changements observés sont liés à la fréquence. Ensuite, pour les basses fréquences, plus la concentration du sucrose est forte plus la permittivité diélectrique relative réelle est faible. Tandis que sur la partie imaginaire toujours en basse fréquence, aucune variation n'est observée. 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. Cependant, le déplacement vers les basses fréquences du maximum de la partie imaginaire montre l'effet de la viscosité apportée par le sucrose. Comme prévu, aucune conductivité n'est visible sur ces mesures, soulignant le fait que les molécules de sucrose n'ont pas de contribution ionique et ne contribuent donc pas aux effets conducteurs.

## B. Extraction des propriétés diélectriques

De même, comme dans les solutions aqueuses de chlorure de sodium, à partir des mesures obtenues, il a été possible de modéliser la permittivité diélectrique de la solution aqueuse de sucrose et d'obtenir tous les paramètres du modèle de Cole-Cole selon le même protocole présenté plus haut. Le Tableau II.2 résume les paramètres de Cole-Cole.

Tableau II.2: Paramètres de Cole-Cole du Sucrose

Concentration(mol/L)	$\epsilon_{\infty}$	$\epsilon_{stat}$	$\tau$ (ps)	$\sigma$ (mS/cm)	$\alpha$
0	4.55	79.28	8.70E-12	0	0.011
0.293	2.33	76.86	9.57E-12	0	0.073
0.585	1.27	74.87	1.12E-11	0	0.133
0.879	1.59	72.32	1.36E-11	0	0.176

Selon le Tableau II.2 on peut noter que  $\epsilon_{\infty}$ , valeur limite de la partie réelle de la permittivité diélectrique aux hautes fréquences, évolue avec les concentrations en sucrose, mais ce changement de paramètre n'est pas significatif d'un point de vue comportemental. A partir du Tableau II.2, l'évolution, en fonction de la concentration en sucre en solution des paramètres de Cole-Cole, a été tracée. La Figure II.12 montre que les variations pour la permittivité statique  $\epsilon_s$ , le temps de relaxation  $\tau$ , et le coefficient de dispersion  $\alpha$  peuvent être définis par une approximation d'ordre 1.

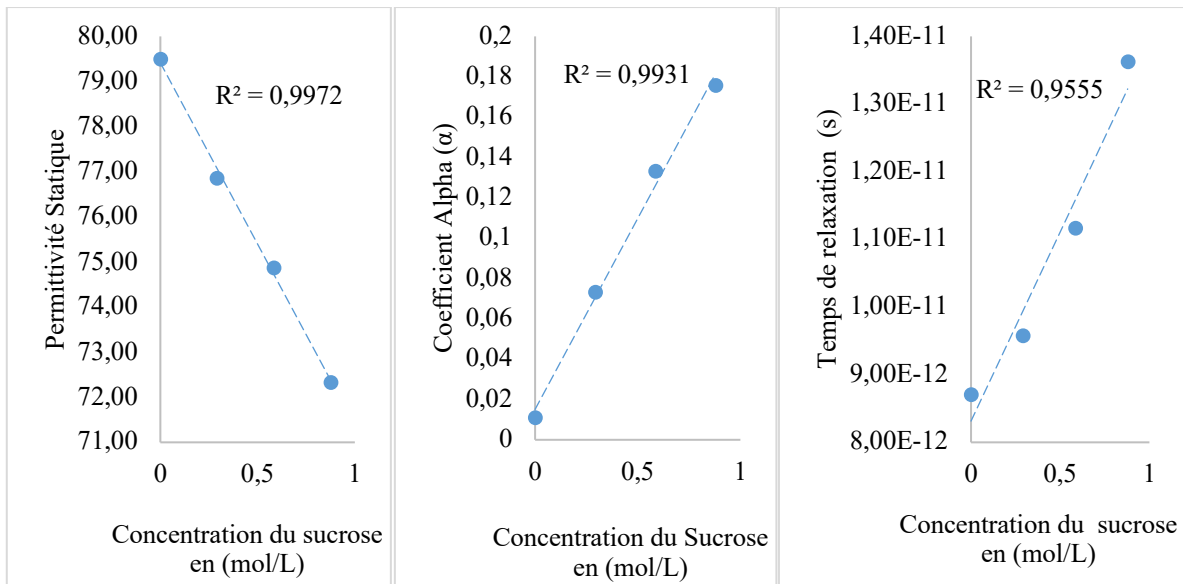


Figure II.12: l'évolution en fonction de la concentration en sucre en solution des paramètres de Cole-Cole

Cette Figure II.12 montre qu'aux basses fréquences la permittivité statique ( $\epsilon_s$ ), diminue lorsque la concentration en sucre augmente. Comme pour le chlorure de sodium, il s'agit, là encore, d'une conséquence de la diminution des concentrations de molécules d'eau lorsque la concentration en sucre augmente et des interactions eau molécules de sucre qui entraîne des liaisons non rotationnelles des molécules d'eau impliquées dans l'hydratation. Le temps de relaxation ( $\tau$ ) est fortement impacté par la concentration en sucre en raison de l'impact élevé de ce dernier sur la viscosité [12], empêchant la mobilité des molécules d'eau et réduisant ainsi leur capacité à se relaxer rapidement lorsque le champ électrique est appliqué. Enfin, la conductivité ( $\sigma_s$ ) est nulle car le Sucrose n'introduit pas de contribution ionique et aucune charge libre n'est disponible dans ces mélanges binaires.

Les molécules de sucre affectent grandement la viscosité des solutions. Lorsqu'elle est diluée dans l'eau, le caractère dipolaire de la solution provient principalement de l'eau, mais il est grandement affecté par les modifications de la viscosité apportées par le sucre. La viscosité des solutions aqueuses de sucre a été étudiée et mesurée par plusieurs auteurs [12,15]. Comme dans le cas des solutions aqueuses du chlorure de sodium, elle dépend des paramètres d'état thermodynamique : concentration de sucre, composition et température. La Figure II.13 illustre la relation entre la concentration de la solution de sucre et sa viscosité. Les données de viscosité sont tirées de la référence [12]. L'augmentation de la concentration aura une influence sur la viscosité. D'après cette relation, si nous connaissons la concentration de la solution, nous pouvons connaître sa viscosité.

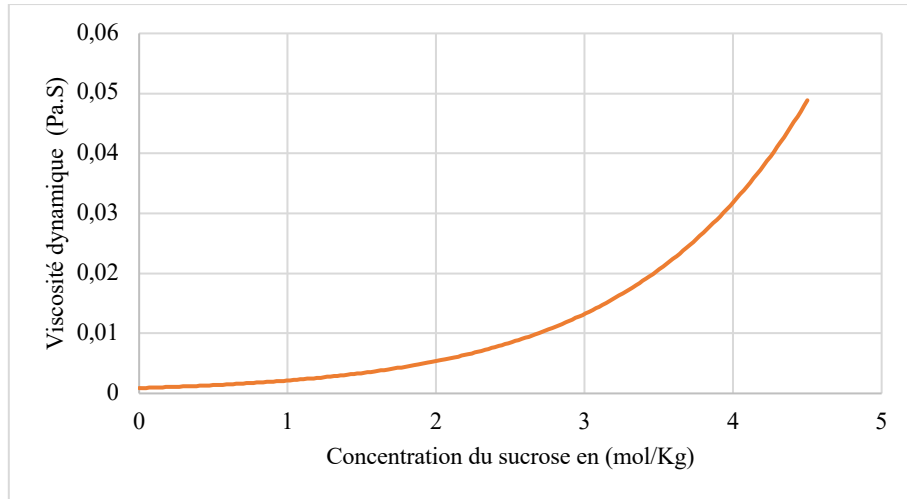


Figure II.13: Viscosité du sucrose à 293 K.

Les résultats de l'expérience faite dans [12] indiquent que l'augmentation de la concentration de sucrose est suivie d'une augmentation de la viscosité. De ces observations faites sur le sucrose dilué dans l'eau, on peut conclure que ce composé a une grande influence sur la viscosité des solutions, ce qui affecte leurs caractéristiques électromagnétiques.

### C. Comparaison avec les modèles existants

Une comparaison de ces résultats à 23° C avec ceux de la littérature (Malmberg) [16], après correction à la même constante diélectrique pour l'eau, pour déterminer la précision de la méthode expérimentale, est donnée dans la Figure II.14. La courbe (bleu) représente les données de la littérature de la permittivité diélectrique, et les données des résultats expérimentaux du tableau II.2 sont en orange.

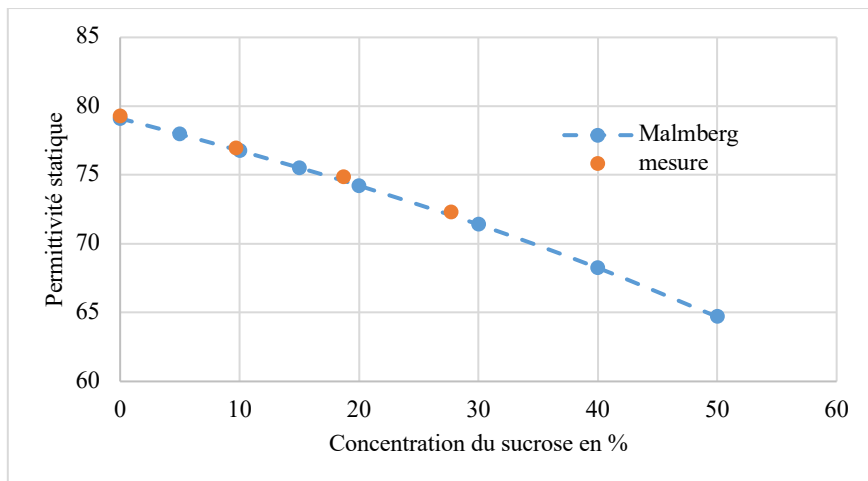


Figure II.14: Comparaison données littérature et expérimentales

Le résultat illustré à la Figure II.14 montre que la permittivité statique mesurée du sucrose est en bon accord avec les données rapportées dans la littérature. On constate aussi que l'équation

de Cole-Cole est suffisamment précise pour décrire la réponse diélectrique du sucrose. Nos résultats suggèrent que dans la gamme de fréquences de 0.1 GHz à 50 GHz, la relaxation de Cole-Cole est suffisante pour décrire la réponse.

Après avoir examiné les contributions diélectriques des constituants que sont le chlorure de sodium et le sucrose, l'analyse peut maintenant être menée sur des solutions plus complexes (mélange ternaire).

## **2.2. Systèmes ternaires**

Un système ternaire est un cas particulier du système multi-composants dans lequel trois composés différents, qui sont complètement miscibles les uns avec les autres et dont les proportions peuvent changer dans certaines limites, sont présents. Comme dans le cas du système binaire, la molécule en excès est le liquide de référence et est appelée solvant (eau déionisée dans notre cas), tandis que les autres composés sont appelés solutés (Chlorure de sodium et sucrose). L'analyse des mélanges ternaires d'eau déionisée, de chlorure de sodium et de sucrose a été réalisée.

### **2.2.1. Interaction entre viscosité (Sucrose) et conductivité (NaCl)**

Comme discuté dans un précédent paragraphe de ce chapitre nous avons vu que le phénomène de dissolution dans l'eau déionisée du chlorure de sodium (composé ionique) et du sucrose (composé dipolaire) est différent. Ceci a pour conséquence que la solution aqueuse de chlorure de sodium a un comportement conducteur tandis que la solution aqueuse de sucrose non. Le comportement conducteur de la solution aqueuse de chlorure de sodium provient de la dissociation de la molécule de chlorure de sodium en ion  $Na^+$  et  $Cl^-$ , qui sont des porteurs de charge. Au contraire du chlorure de sodium, le sucrose se dissocie dans l'eau déionisée en gardant sa structure moléculaire intacte. Celle-ci ne contient donc pas des ions porteurs de charges. Les mélanges ternaires sont le résultat de liaisons supplémentaires entre les molécules de deux mélanges binaires différents. Dans les solutions ternaires constituées de chlorure de sodium, de sucrose et d'eau, ces phénomènes physiques se produisent et cohabitent ensemble. En particulier, la viscosité apportée par le sucrose affecte significativement la conductivité ionique apportée par le chlorure de sodium. Bien que différentes études existent dans la littérature concernant la viscosité ou la conductivité de telles solutions ternaires, aucune ne traite du changement de permittivité en fonction des interactions entre le sucrose et le chlorure de sodium en solutions aqueuses.



## 2.2.2. Préparation des mélanges

Les produits chimiques utilisés dans le présent travail comprennent de l'eau déionisée, du chlorure de sodium avec une pureté de 99,7%, obtenus auprès des commerces chimiques, et du sucre. Des solutions aqueuses ternaires de chlorure de sodium et de sucre, ont été préparées à l'aide d'une balance analytique de précision (Tecnal, Modèle TEC-B-210A, Brésil) avec une incertitude donnée de  $\pm 0,01$  g. Toutes les concentrations dans ce manuscrit sont exprimées en molarité (mol/L), déterminée à température ambiante. La gamme de concentration choisie est 0-0,154 mol/L, pour le chlorure de sodium, et 0-0,877 mol/L pour les concentrations de sucre. Les solutions ont été conservées dans des récipients propres évitant toute contamination par des impuretés et une exposition minimale à l'air. Les récipients ont été maintenus à une température ambiante constante de 23°C.

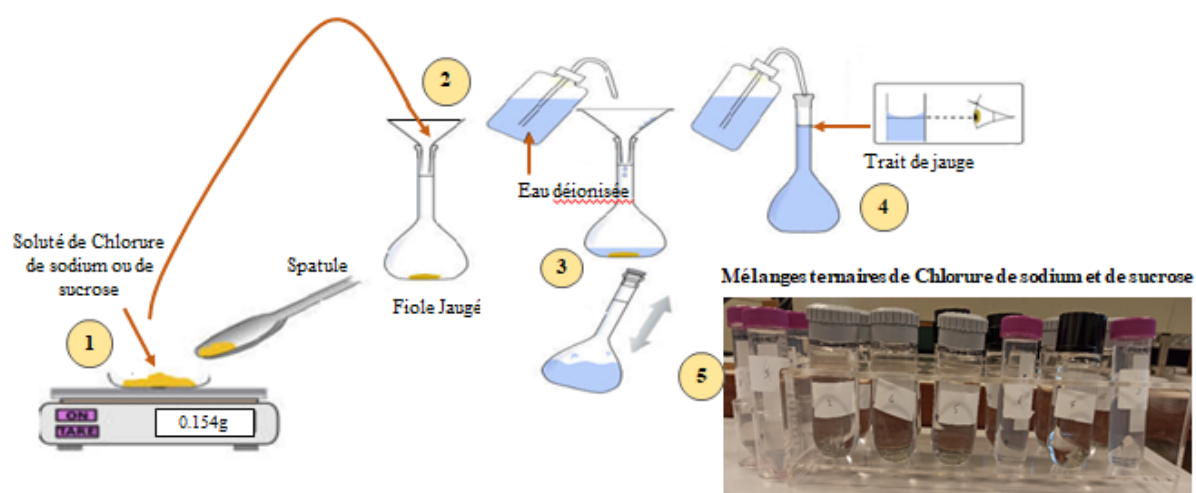


Figure II. 15: Préparation des solutions

### A. Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température ambiante

Les mesures diélectriques et les conductivités électriques ont été effectuées à 23,0°C selon la méthode de la sonde coaxiale présentée au chapitre I, dans les plages de fréquences 100 MHz-50 GHz. À haute fréquence, la solution aqueuse de chlorure de sodium et de sucre présente un comportement de type Cole-Cole [21].

Pour mieux identifier les solutions, une lettre est attribuée à chaque concentration de chlorure de sodium tandis qu'un chiffre est associé à chaque concentration de sucre. Ainsi, A0 représente l'eau déionisée, les échantillons étiquetés B0, C0 et D0 sont des mélanges binaires constitués de chlorure de sodium et d'eau, et les échantillons étiquetés A1, A2, A3 sont des mélanges binaires constitués de sucre et d'eau. Toutes les autres étiquettes avec

une lettre différente de A et un nombre différent de 0 sont des mélanges ternaires. La Figure II.16 ci-dessous présente l'évolution de la permittivité complexe des mélanges ternaires en fonction de la fréquence, en échelle logarithmique.

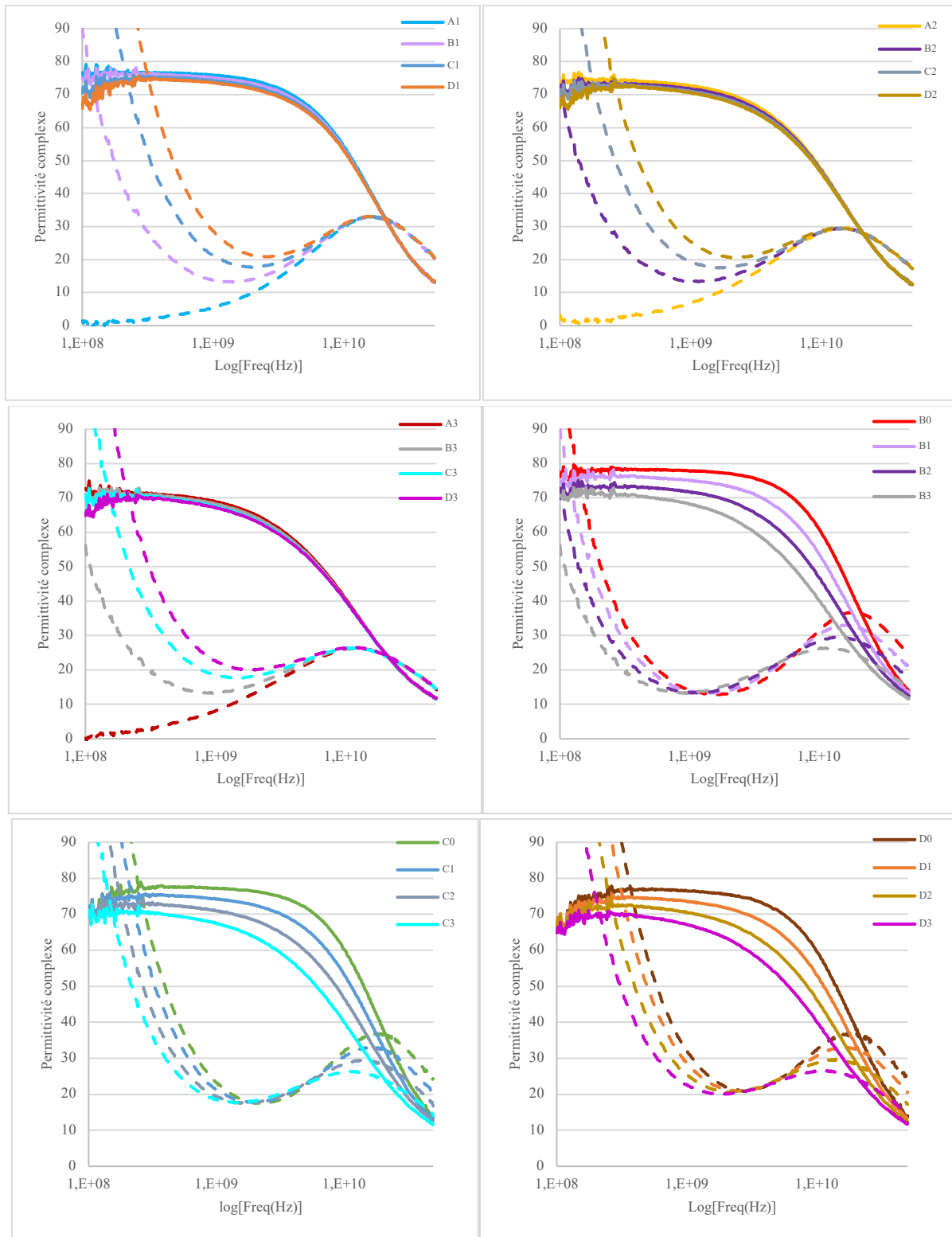


Figure II.16: Mélanges ternaires

D'après la Figure II.16, les parties réelles et imaginaires varient en fonction de la concentration. Une diminution de la partie réelle avec l'augmentation de la concentration des solutés est observée. Aux basses fréquences, plus la concentration augmente plus les pertes diélectriques (partie imaginaire) sont élevées pour les échantillons ayant du chlorure de sodium en solution. On constate aussi que plus la conductivité est grande, et plus l'effet sera visible jusqu'à des fréquences élevées sur la partie imaginaire de la permittivité diélectrique, et masquera les pertes dipolaires dans le domaine des basses fréquences.

## B. Extraction des propriétés diélectriques

Comme dans les sections précédentes, les paramètres du modèle de Cole-Cole (équation I.8), Cole-Cole plus conduction (équation I.10) ont été extraits des mesures larges bandes (sonde coaxiale) en utilisant la méthode d'ajustement des courbes. Les paramètres expérimentaux résultants sont présentés dans le Tableau II.3.

Tableau II.3: Paramètres extraits du modèle Cole-Cole pour les mélanges ternaires

Echantillon	$\epsilon_{\infty}$	$\epsilon_{stat}$	$\tau$ (s)	$\sigma$ ( $\frac{mS}{cm}$ )	$\alpha$
<b>A0</b>	4.55	79.28	8.70E-12	0	0.011
<b>B0</b>	4.65	77.99	8.58E-12	5.76	0.016
<b>C0</b>	5.31	76.80	8.54E-12	10.92	0.024
<b>D0</b>	4.60	75.97	8.47E-12	15.99	0.030
<b>A1</b>	2.33	76.86	9.57E-12	0	0.073
<b>B1</b>	2.25	76.22	9.61E-12	4.77	0.08
<b>C1</b>	4.60	74.72	9.86E-12	9.11	0.059
<b>D1</b>	4.60	74.10	9.78E-12	13.22	0.063
<b>A2</b>	1.27	74.87	1.12E-11	0	0.133
<b>B2</b>	2.21	73.55	1.12E-11	3.80	0.124
<b>C2</b>	1.74	72.84	1.10E-11	7.26	0.132
<b>D2</b>	1.11	72.52	1.09E-11	10.53	0.141
<b>A3</b>	1.59	72.32	1.36E-11	0	0.176
<b>B3</b>	1.09	71.95	1.35E-11	2.92	0.186
<b>C3</b>	0.99	71.15	1.34E-11	5.82	0.19
<b>D3</b>	0.92	70.73	1.32E-11	8.12	0.191

Il faut noter que pour tous les échantillons d'ajustement résumés dans le Tableau II.3, la valeur de permittivité statique de l'eau extrapolée à partir de nos données dans le domaine des micro-ondes est très proche du modèle de Kaatze [17] ( $\epsilon_s = 79,11$ ) à la même température. A partir des résultats donnés dans le Tableau II.3, les évolutions de  $\epsilon_s, \tau, \alpha$  et  $\sigma_s$  ont été tracées en fonction des concentrations en Chlorure de Sodium d'une part et en Sucrose d'autre part. Ces tracés sont présentés dans les figures 17 à 20.

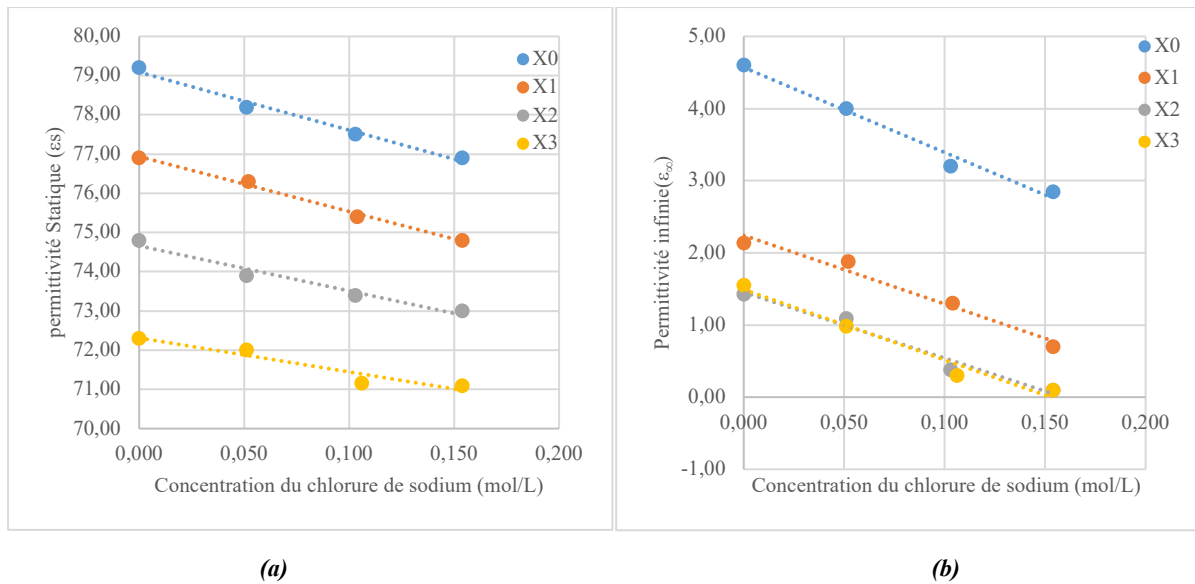


Figure II.17: variation en fonction de la concentration du chlorure de sodium et du sucre: de la permittivité statique (a) et de la permittivité infinie (b)

Les résultats de la Figure II.17, illustrent des variations quasi linéaires de la permittivité statique et infinie. On peut noter que  $\epsilon_s$  (Figure II.17a), valeur limite de la partie réelle de la permittivité diélectrique aux basses fréquences diminue lorsque la concentration en chlorure de sodium ou la concentration en sucre augmente, ceci s'explique par les mêmes raisons que celles données pour les mélanges binaires. De façon générale, la solvation du sel et du sucre conduit à une diminution de la permittivité statique du mélange. En effet, les molécules d'eau qui entourent les molécules de sucre ou les différents ions se retrouvent liées à celles-ci et sont moins libres de suivre les variations du champ électrique radiofréquence. Par conséquent la polarisation globale diminue. Dans les gammes de concentration que nous avons étudiées, on peut supposer que les deux phénomènes de solvation (sucre et sel) restent indépendants. Ainsi la diminution de la permittivité statique du mélange peut être décomposée en deux contributions indépendantes : celles due à la solvation du sucre et celle due à la solvation du sel. Concernant le paramètre  $\epsilon_\infty$  (Figure II.17b), plus la concentration en sucre est importante, plus le paramètre est faible. De plus,  $\epsilon_\infty$ , diminue légèrement lorsque la concentration en chlorure de sodium augmente.

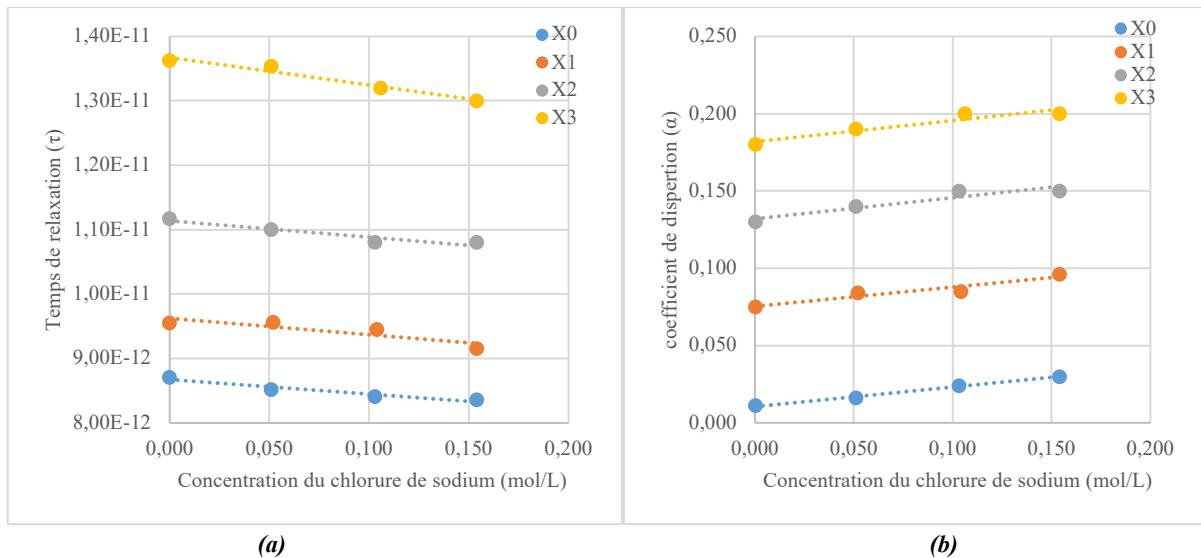


Figure II.18: Variation du temps de relaxation en fonction de la concentration (a) et Variation du coefficient de dispersion en fonction de la concentration (b)

Sur la Figure II.18, une variation assez linéaire du temps de relaxation et du coefficient de dispersion est observée. Comme pour les mélanges binaires, le temps de relaxation  $\tau$  (Figure II.18a) des mélanges ternaires est fortement impacté par le sucrose en raison de son fort impact sur la viscosité, qui empêche la mobilité des molécules et réduit ainsi leur capacité à se relaxer rapidement lorsque le champ électrique est appliqué. Ainsi, le temps de relaxation augmente significativement lorsque la concentration en sucrose augmente mais est moins influencé par le chlorure de sodium. Pour une concentration fixe de sucrose, le temps de relaxation diminue légèrement lorsque la concentration de chlorure de sodium augmente pour les mêmes raisons que dans les mélanges binaires. La Figure II.18(b) montre une variation du coefficient alpha qui augmente légèrement avec la concentration du chlorure de sodium. On remarque également que, plus la concentration en sucrose est importante dans le mélange ternaire, plus le paramètre  $\alpha$  est élevé. Ainsi, plus la concentration en soluté est élevée dans le mélange ternaire, plus les courbes de perte sont larges.

Les Figure II.19 et Figure II.20 montrent la variation de la conductivité statique et de la viscosité selon [12] en fonction de la concentration du chlorure de sodium et du sucrose. D'après la Figure II.20 la viscosité des mélanges ternaires augmente avec l'augmentation de la concentration du chlorure de sodium et du sucrose (mol/Kg).

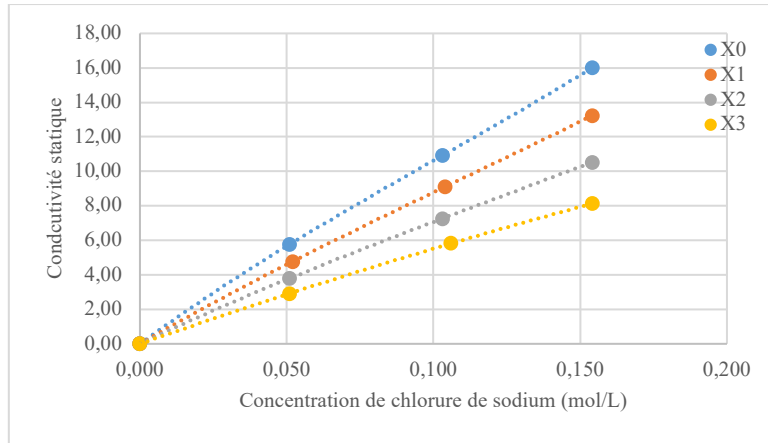


Figure II.19: Variation de la conductivité en fonction de la concentration de chlorure de sodium pour chaque concentration de sucrose

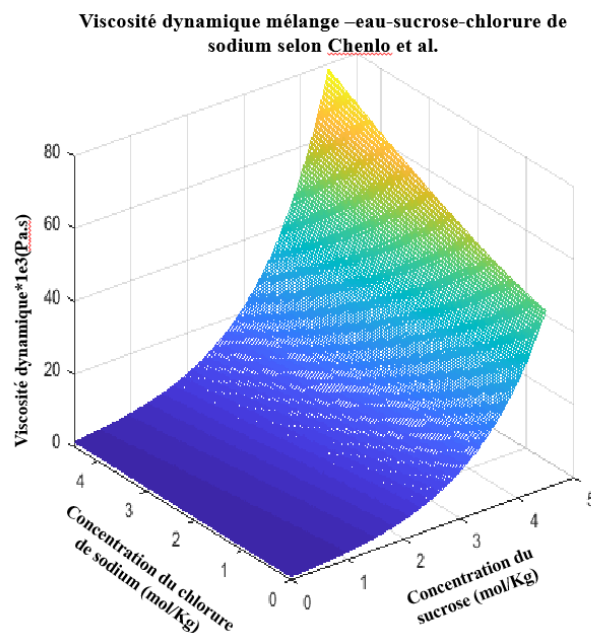


Figure II.20: Viscosité dynamique mélange ternaire (eau-chlorure de sodium-sucrose)

Les effets de viscosité apportés par le sucrose sont très perceptibles sur la conductivité (Figure II.19). Par exemple, pour une concentration de chlorure de sodium de 0.154 mol/L, la conductivité  $\sigma$  diminue de 15.99 mS/cm à 8.12 mS/cm lorsque la concentration de sucrose augmente de 0 à 0.877 mol/L respectivement. La conductivité  $\sigma$  des solutions ternaires est principalement liée à la quantité d'ions solvatés : plus la concentration en chlorure de sodium est importante, plus la conductivité est élevée. Cependant, la viscosité réduit la mobilité des ions, plus la concentration en sucrose est élevée, plus la conductivité est faible.

A l'aide des différents paramètres extraits, il est intéressant de développer des modèles prédictifs de ces paramètres en fonctions des concentrations de chlorure de sodium et de sucrose. L'eau déionisée représente l'échantillon de référence utilisé.

### 2.2.3. Modélisation du système ternaire.

Dans cette partie l'objectif est de pouvoir déterminer dans un mélange ternaire la concentration en chlorure de sodium et en sucrose. Donc nous avons deux inconnues à déterminer. Pour résoudre ce problème à deux inconnues il nous faut deux équations. La première information sera extraite en basse fréquence avec l'aspect conductivité, tandis que la deuxième sera extraite plus haut en fréquence autour de 7GHz pour être dans une zone où l'impact de la conductivité sur l'aspect dipolaire est faible pour les gammes de concentration étudiées. Des explications plus détaillées seront présentées au chapitre III

Des équations polynomiales des paramètres de Cole-Cole qui dépendent de la concentration en chlorure de sodium et en sucrose à la température ambiante de 23°C sont dérivées des données rapportées dans le Tableau II.3. Les lois des modèles sont fournies en supposant que toutes les concentrations sont données en mol/L, et que les concentrations sont comprises entre 0 et 0,154 mol/L pour le chlorure de sodium et entre 0 et 0,877 mol/L pour le sucrose. L'évolution de la conductivité statique à la concentration du chlorure de sodium et du sucrose, est représentée à la Figure II.21.

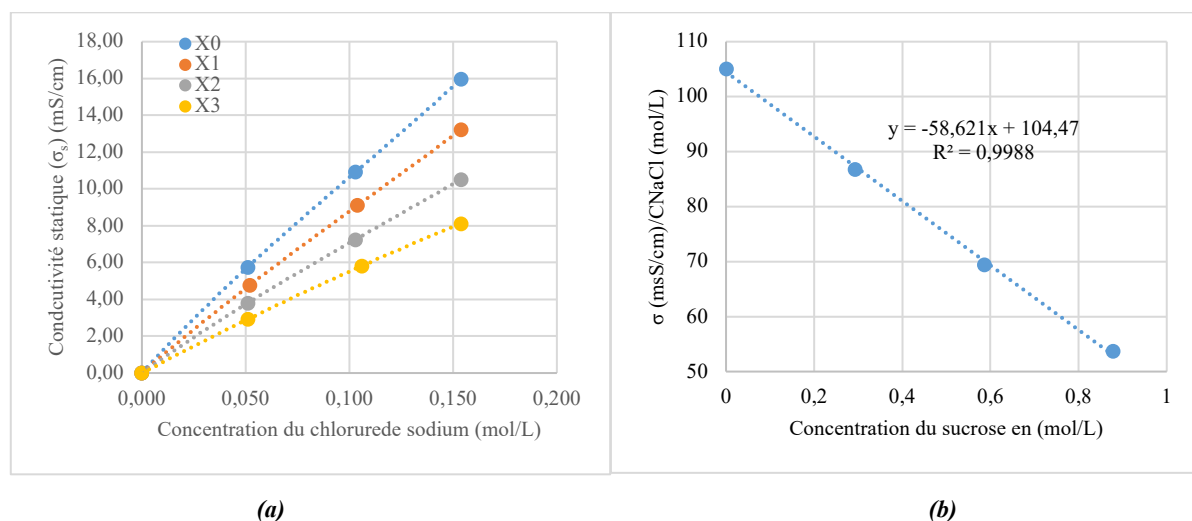


Figure II.21: Variation de la conductivité en fonction de la concentration du chlorure de sodium (a), sensibilité (b)

Cette figure montre une variation linéaire de la conductivité en fonction de la concentration en NaCl (cas des faibles concentrations). La pente de chacun de ces droites est directement liée à l'évolution de la concentration en sucrose. La viscosité augmente avec la concentration en sucrose, ce qui diminue la conductivité du mélange ternaire. Ce phénomène est clairement défini sur la Figure II.21(b) qui montre une diminution du paramètre  $\sigma$  en fonction de la concentration en sucrose. L'approximation de ces courbes par un modèle linéaire permet de

définir la conductivité en fonction des concentrations en sucrose et en NaCl. Ainsi la conductivité pour ces gammes de concentration peut se modéliser par:

$$\sigma(\text{mS/cm}) = [(-58,7 \times C_{\text{sucrose}}) + 104,47] \times C_{\text{NaCl}} \quad (\text{II.1})$$

avec  $\sigma$  en mS/cm, les concentration en mol/L

Cette modélisation par des variations linéaires de premier ordre n'est pas sans défaut. Elle conduit à des erreurs relatives assez importantes en faible concentration en sel (accentuées par la présence de sucre). A titre d'exemple, pour le cas B0, la conductivité mesurée est de 5,76 mS/cm; contre une conductivité extraite de la modélisation linéaire de 5,36 soit 7% d'erreur relative. Pour diminuer l'erreur relative sur la concentration en chlorure de sodium, il serait préférable de modéliser le comportement de la conductivité par des polynômes. La Figure II.22 ci-dessous présente la modélisation polynomiale d'ordre 3 de la conductivité en fonction des concentrations de chlorure de sodium et de sucrose en solution.

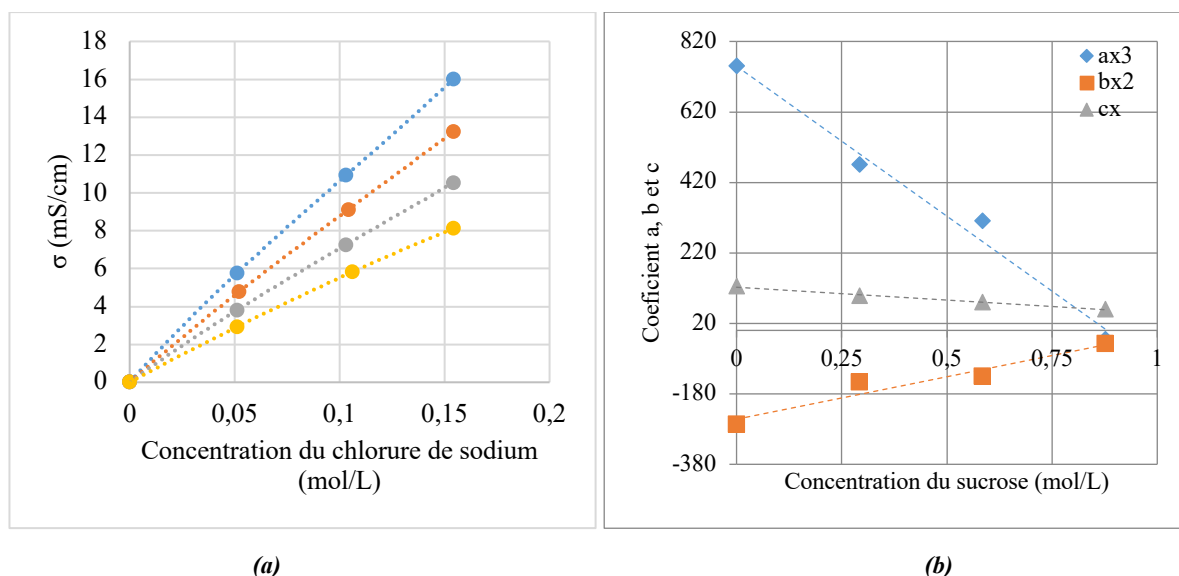


Figure II.22: Variation de la conductivité en fonction de la concentration du chlorure de sodium (a) et sensibilité en fonction de la concentration du sucrose (b)

Le résultat illustré à la Figure II.22a montre une variation polynomiale d'ordre 3 de la conductivité statique pour les différents échantillons. Les valeurs du coefficient de détermination  $R^2$  le démontrent en ce qui concerne le changement des concentrations de sucrose et de chlorure de sodium. La Figure II.22b présente la sensibilité croisée des variations polynomiales en fonction de la concentration en sucrose. Ainsi la conductivité statique peut être exprimée par :

$$\sigma = a. (C_{\text{NaCl}})^3 + b. (C_{\text{NaCl}})^2 + c. (C_{\text{NaCl}})$$

$$a = (-849,82 \times C_{\text{sucrose}}) + 689,77$$

(II.2)



Avec :

$$b = (217,32 \times C_{\text{sucrose}}) - 218,76$$

$$c = (-71,685 \times C_{\text{sucrose}}) + 120,62$$

Avec cette modélisation d'ordre 3 l'erreur relative sur la concentration du sel reste inférieur à 1,5%. La précision des polynômes ci-dessus lors du calcul des concentrations en chlorure de sodium et en sucrose à température ambiante est de 0%-0,7%.

Maintenant que la première équation à deux inconnues du système d'équation a été déterminée par l'analyse du comportement de la permittivité diélectrique des échantillons en basse fréquence, l'étape suivante consiste à analyser le comportement des échantillons à la fréquence d'intérêt autour de 7 GHz. La Figure II.23 montre les parties réelles de la permittivité diélectrique relative complexe du mélange ternaire à 7 GHz en fonction de la concentration du chlorure de sodium et du sucrose. L'eau déionisée représente l'échantillon de référence utilisé.

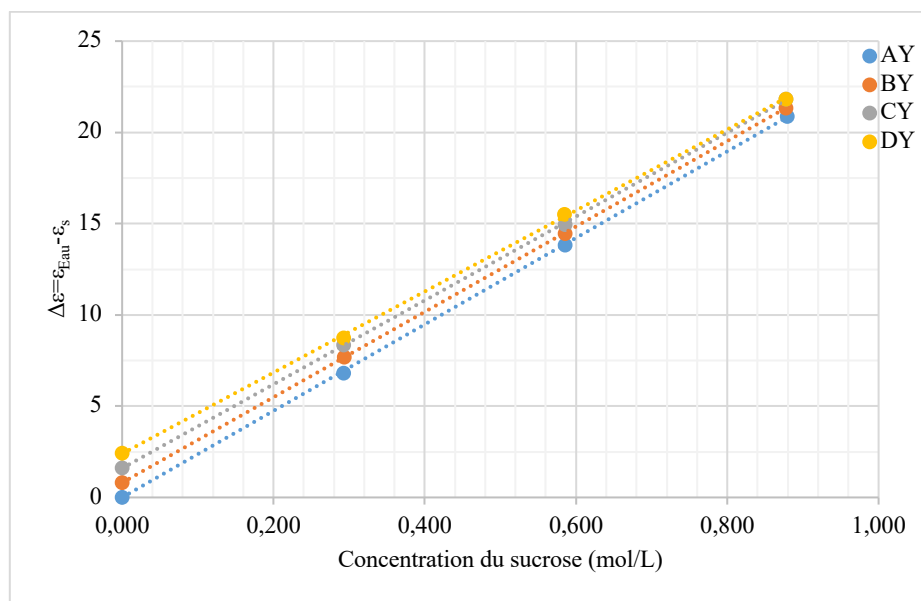


Figure II.23: Variation de la permittivité à 7 GHz en fonction de la concentration du sucrose

La Figure II.23 présente un comportement linéaire de la différence de la permittivité statique ( $\epsilon_{\text{eau}} - \epsilon_s$ ) de l'eau sucrée (courbe bleue) jusqu'à des concentrations en sucrose proche de la saturation. Pour les pentes jaune, orange et gris on retrouve également un comportement linéaire en fonction du sucrose avec une légère baisse de la pente lorsque la concentration en chlorure de sodium augmente. La Figure II.24 montre la pente et l'origine de la différence entre la permittivité statique de l'eau et des mélanges.

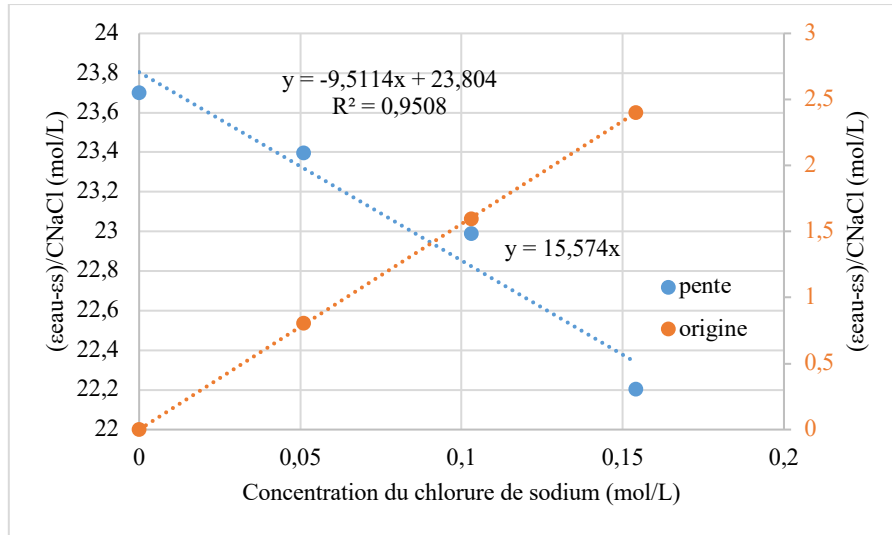


Figure II.24: Sensibilité en fonction de la concentration du chlorure de sodium

Le résultat illustré à la Figure II.24 montre que la pente et l'origine varient de façon globalement linéaire, même si pour la pente une régression polynomiale de degré 2 serait plus adaptée. L'ordonnée à l'origine (en orange sur le graphe ci-dessus) correspond au cas sans sucre. Sa variation linéaire présente une pente égale à 15,574 conforme à la valeur obtenue par Peyman (14.3). Ainsi la différence de permittivité à 7GHz pour ces gammes de concentration peut se modéliser par :

$$\Delta\varepsilon(7\text{GHz}) = [(-9,5114 \times C_{\text{NaCl}}) + 23,804] \times C_{\text{sucrose}} + (15,574 \times C_{\text{NaCl}}) \quad (II.3)$$

L'erreur relative sur la concentration du sucre est maintenant de 1 à 2 %.

Cette linéarité, combinée au comportement différent des spectres en fonction de la fréquence, nous a conduit à développer un modèle mathématique afin de calculer les différentes concentrations en chlorure de sodium et en sucrose dans un échantillon inconnu.

#### 2.2.4. Méthodologie de détermination d'un couple de concentrations (à partir de la permittivité)

A partir des résultats donnés dans le Tableau II.3 et présentés dans la Figure II.16, des lois des variations de la conductivité et de la permittivité à 7 GHz, en fonction de la concentration de chlorure de sodium et de sucrose, ont été déterminées. A partir de ce système d'équation le couple  $(C_{\text{NaCl}}, C_{\text{sucrose}})$  est calculé. La Figure II.25 représente les modèles 3D des lois de variation de la conductivité (équation (II.2)) ainsi que de la différence de permittivité à 7 GHz (équation (II.3)) en fonction de la concentration du chlorure de sodium et du sucrose.

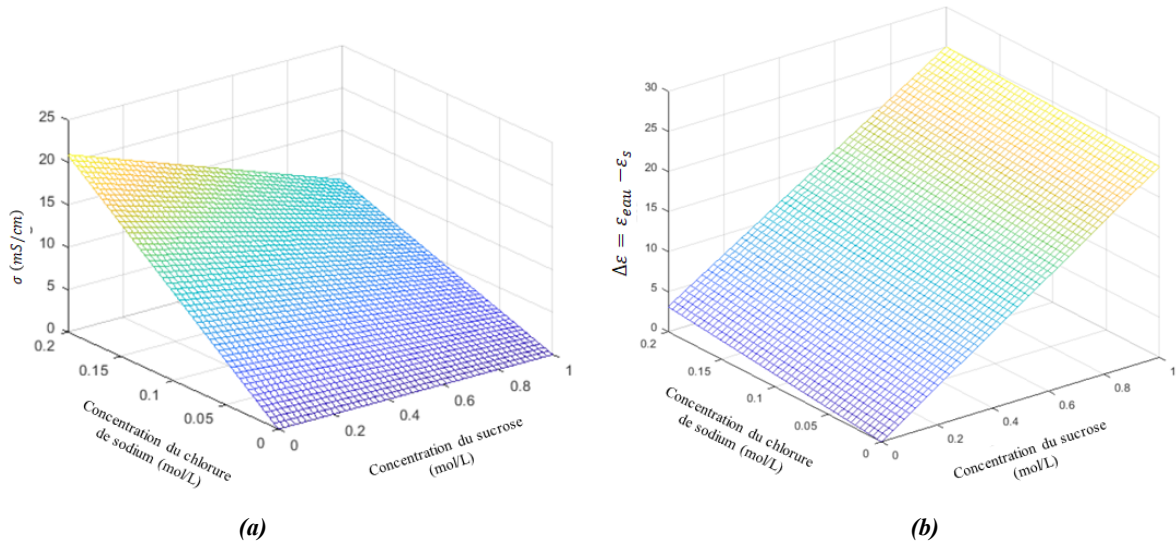


Figure II.25: modèle 3D de la conductivité (a) ; modèle 3D de la différence de permittivité à 7 GHz (b) en fonction des concentrations en chlorure de sodium et en sucrose

Cette Figure II.25(a) montre que la conductivité dans une solution salée (sans sucrose), augmente en fonction de la concentration en chlorure de sodium. On constate également que dans une solution sucrée (sans sel) la conductivité est nulle quelle que soit la concentration en sucrose. Mais la présence du sucrose dans le mélange affecte la variation globale de la conductivité en abaissant celle-ci. La Figure II.25(b) représente la loi de variation de la différence de permittivité à 7 GHz (équation (II.3)) en fonction de la concentration en chlorure de sodium et en sucrose. Cette figure montre que la permittivité à 7 GHz dans une solution salée (sans sucrose), augmente lentement en fonction de la concentration en chlorure de sodium.

La précision des lois numériques ci-dessus lors du calcul des concentrations de chlorure de sodium et du sucrose à températures ambiante (23°C) est dans une fourchette de 0.7% à 2%.

Maintenant que les paramètres du modèle de Cole-Cole ont été extraits et que leurs variations ont été modélisées en fonction des concentrations en sucrose et en chlorure de sodium, on peut prédire la réponse Electromagnétique (EM) des mélanges quelles que soient les concentrations de ses composés dans les plages données. De plus, en résolvant le problème inverse, il est possible de déterminer les concentrations de chlorure de sodium et de sucrose dans un mélange ternaire pour autant qu'au moins deux paramètres du modèle de Cole-Cole soient connus. Dans ce chapitre, nous avons établi les deux équations décrivant la conductivité et la différence de permittivité à 7GHz. La résolution de ce système à deux équations permet de déterminer la concentration de chacun des deux solutés (chlorure de sodium et sucrose) d'une solution inconnue à partir d'une seule mesure large bande.

Ceci est le point de départ pour développer des capteurs microondes dédiés au suivi des concentrations dans les mélanges ternaires détaillés qui sera présenté dans le chapitre suivant. Notre objectif étant de déterminer les concentrations des solutés à l'aide du capteur construit.

### 2.3. Liquide physiologique (Lactate de sodium)

Dans une partie précédente, la modélisation des solutions aqueuse binaire et ternaire nous a permis de dissocier le caractère ionique du caractère dipolaire en utilisant les méthodes de caractérisation large bande (sonde coaxiale). Dans cette partie nous introduisons l'analyse d'une nouvelle molécule, le lactate de sodium. Le lactate de sodium est une molécule biologique de formule  $C_3H_5NaO_3$  représenté par la structure chimique de la figure ci-dessous.

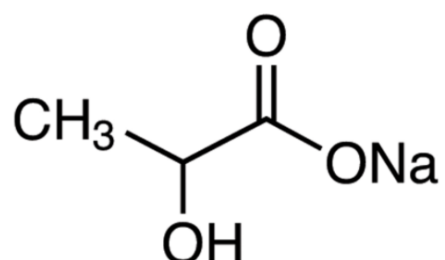


Figure II.26: Molécule de lactate de sodium

Cette molécule est de nature blanc à l'état solide et est soluble dans l'eau. C'est un métabolite important, très présent dans divers domaines d'application, notamment pharmaceutique, la médecine clinique et sportive, et la fabrication alimentaire (agroalimentaire) [18–20]. Dans la littérature, plusieurs auteurs ont étudié la détection du Lactate de sodium pour la détermination de concentrations dans divers milieux en utilisant tout d'abord les méthodes optiques et chimiques [21–24]. Certaines des approches explorées ont conduit avec succès à leur exploitation commerciale dans les applications de bio-détection [25–27]. Dans l'industrie agroalimentaire le Lactate de sodium joue souvent les rôles de conservateur et d'additif [28]. Dans l'industrie chimique le Lactate de sodium joue le rôle d'agent décontaminant et détergent. Les capteurs de Lactate de sodium sont également utilisés pour le contrôle du diabète [29] et c'est l'un des produits clé de la production d'énergie dans les muscles [30]. L'utilisation des méthodes microondes résonantes pour la détermination du Lactate de sodium a été très peu adressée dans la littérature.

## A. Mesures diélectriques en fonction de la concentration à température ambiante

Lorsque le Lactate de sodium de sodium est dissout dans l'eau, les molécules du soluté vont se mélanger à celle de l'eau. Le Lactate de sodium est une molécule singulière possédant un caractère ionique et un caractère dipolaire. Dans de nombreux cas, la permittivité diélectrique complexe d'une solution aqueuse de Lactate de sodium en fonction de la fréquence peut être représentée de manière adéquate par l'équation de Cole-Cole associé à un terme de conduction ionique.

Les paramètres de Cole-Cole et leur modèle empirique de Lactate de sodium en solution ont été dérivés à partir de travaux antérieurs et récents effectués par l'équipe de recherche au sein du laboratoire. Afin de définir le caractère de la fonction diélectrique des solutions aqueuses de lactate de sodium, nous avons mesuré leur permittivité diélectrique complexe dans une large gamme de fréquences allant de 100 MHz à 50 GHz pour diverses concentrations variant de 0 à 9.7 mol/L proche de la saturation en utilisant la technique standard de la sonde coaxiale La Figure II.27 ci-dessous présente les spectres fréquentiels de la permittivité diélectrique de quelques échantillons de Lactate de sodium en solution à différentes concentrations.

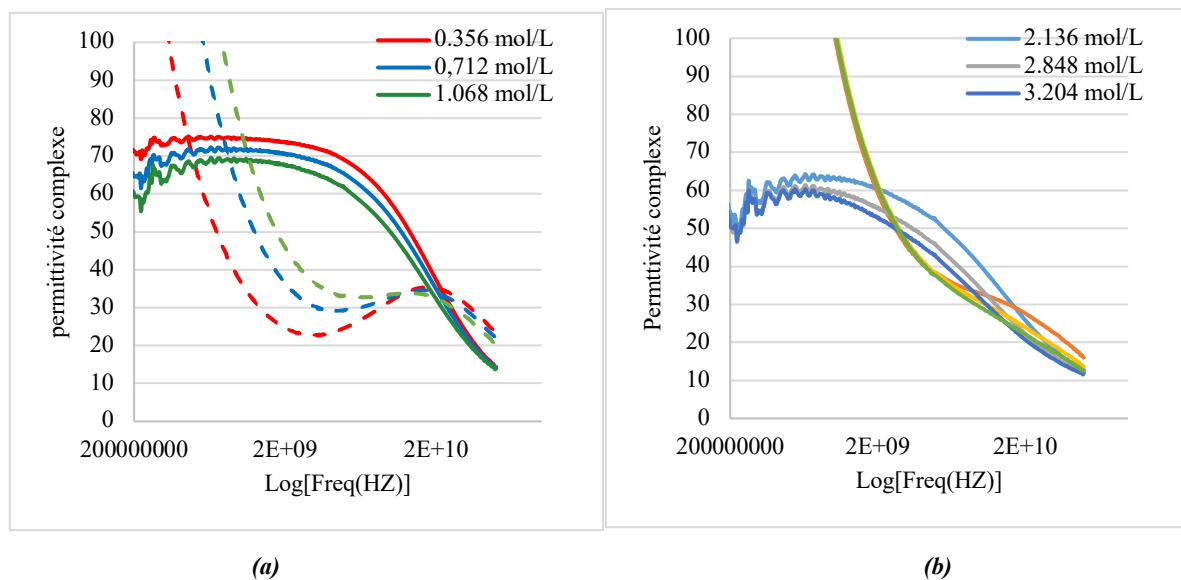


Figure II.27: Permittivité complexe d'échantillons de lactate en solution : de faible concentration (a) et forte concentration (b).

La Figure II.27 montre que,  $\epsilon_s$  la permittivité statique diminue de manière significative avec l'augmentation de la concentration en lactate. On peut aussi remarquer en basse fréquence des remontées de la partie imaginaire qui témoignent du caractère ionique du Lactate de sodium. Plus haut en fréquence, le maximum de pertes se décale vers les basses

fréquences avec l'augmentation de la concentration. Si l'aspect dipolaire en haute fréquence (Figure II.27(a)) est bien distinguable pour les faibles concentrations, il est par contre très masqué pour les fortes concentrations en raison des fortes pertes de conduction (Figure II.27(b)).

## B. Extraction des propriétés diélectriques

De même que pour les solutions aqueuses étudiées précédemment, à partir des mesures obtenues de la caractérisation large bande, il a été possible de modéliser la permittivité diélectrique du Lactate de sodium, et d'obtenir tous les paramètres du modèle de Cole-Cole associés à un terme de conduction ionique à partir de l'opération d'ajustement de courbe présentée plus haut. Les variations des paramètres du modèle en fonction de la concentration sont présentées dans Tableau II.4.

Tableau II.4: Paramètre de Cole-Cole extraite de la modélisation large bande.

Concentration (mol/L)	$\epsilon_{\infty}$	$\epsilon_s$	$\tau(s)$	$\sigma(mS/Cm)$	$\alpha$
0.356	4.47	74.8	8.48E-12	19	0.027
0.712	4.41	72	8.77E-12	32.1	0.046
1.068	3.39	69.5	9.08E-12	42.1	0.079
1.780	2.58	66	1.04E-11	53.6	0.14
2.136	2.33	65.3	1.13E-11	54.8	0.17
2.848	2.85	63.5	1.46E-11	55.7	0.23
3.204	3.38	63.2	1.71E-11	54.1	0.25
3.916	2.89	62.9	2.38E-11	48.5	0.32
4.272	3.51	62	2.89E-11	44.9	0.33

Les évolutions des paramètres du modèle (Tableau II.4) en fonction de la concentration sont tracées et présentées dans les figures suivantes. La Figure II.28 présente l'évolution de la permittivité statique et infinie en fonction de la concentration du Lactate de sodium.

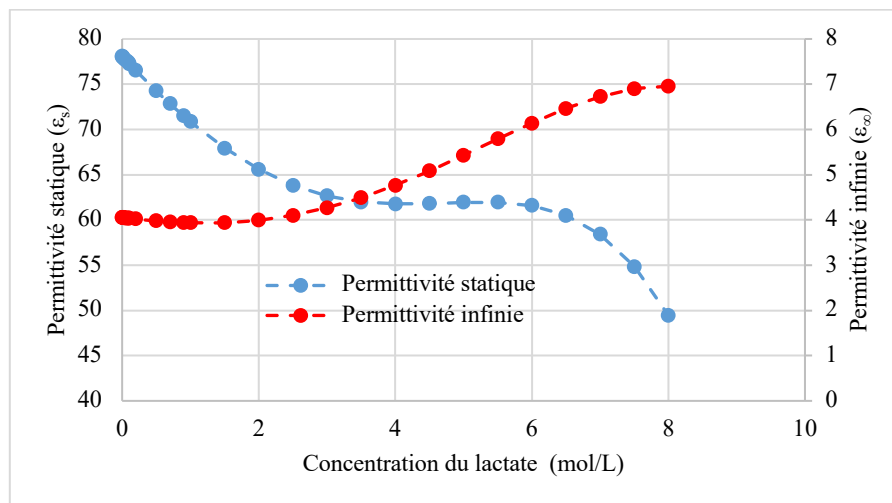


Figure II.28: Evolution de la permittivité statique et infinie en fonction de la concentration en Lactate de sodium.

D'après les données du Tableau II.4 et la Figure II.28, la permittivité infinie valeur limite de la partie réelle de la permittivité diélectrique aux hautes fréquences augmente légèrement pour atteindre 7.2 à la concentration maximale. La permittivité statique diminue de manière significative avec l'augmentation de la concentration. La Figure II.29 montre l'évolution du temps de relaxation  $\tau$  et sa dispersion  $\alpha$  en fonction de la concentration.

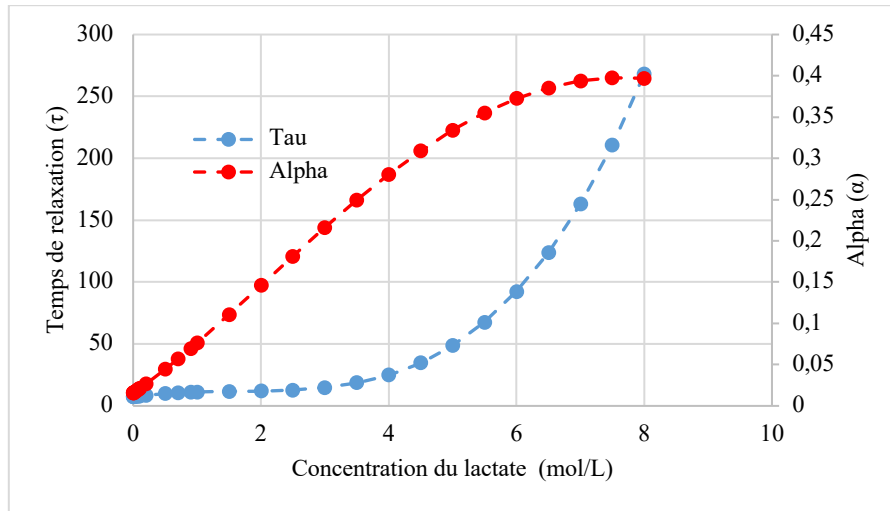


Figure II.29: évolution du temps de relaxation et de sa dispersion en fonction de la concentration du Lactate de sodium

D'après les données et la Figure II.29, le temps de relaxation  $\tau$  et sa dispersion  $\alpha$  augmentent avec la concentration traduisant l'augmentation progressive de la viscosité. On observe également un changement de comportement au-delà de 6 mol/l.

Dans le chapitre I, la relation de proportionnalité associant la conductivité ionique à la concentration et à la mobilité ionique a été décrite. La Figure II.30 montre l'évolution de la conductivité dérivée des caractérisations large bande et celle mesurée en statique au conductimètre en fonction de la concentration pour les solutions de Lactates de sodium.

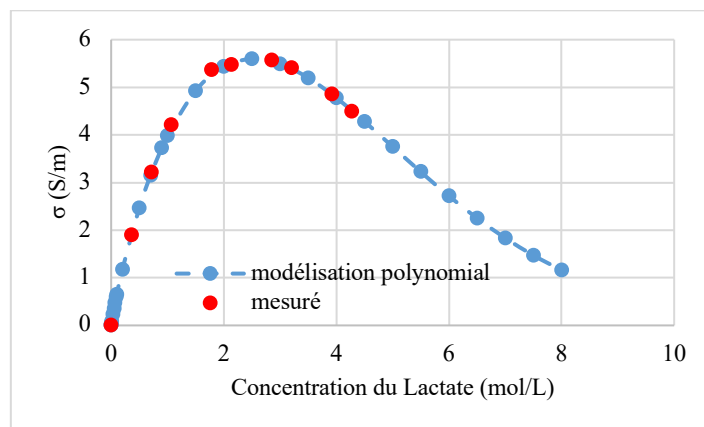


Figure II.30: évolution de la conductivité issue des caractérisations large bande des spectres diélectriques et mesurée au conductimètre.

D'après le Tableau II.4 et la Figure II.30 la conductivité ionique  $\sigma$  montre également un comportement non monotone. Sa variation en fonction de la concentration présente un maximum autour de 2.53 mol/l, puis décroît bien que le nombre d'ions Lactate en solution continue d'augmenter. Les valeurs de conductivité déduites des mesures hyperfréquences à l'aide de l'équation (II. 4) sont en très bon accord avec celles mesurées en statique. Cela montre d'une part, que le modèle de permittivité choisi est bien adapté aux solutions mesurées et d'autre part, que la mesure dynamique permet d'accéder directement à la grandeur physique de conductivité ionique.

Dans l'introduction de cette partie, le Lactate de sodium a été présenté comme un liquide singulier présentant à la fois un caractère ionique et dipolaire. Dans cette optique nous avons adressé l'aspect ionique du lactate de sodium visible aux basses fréquences, maintenant l'aspect dipolaire est présenté. La Figure II.31 présente la comparaison des spectres diélectriques dipolaires d'une solution saturée en Lactate de sodium sans contribution ionique avec celle de l'eau déionisée.

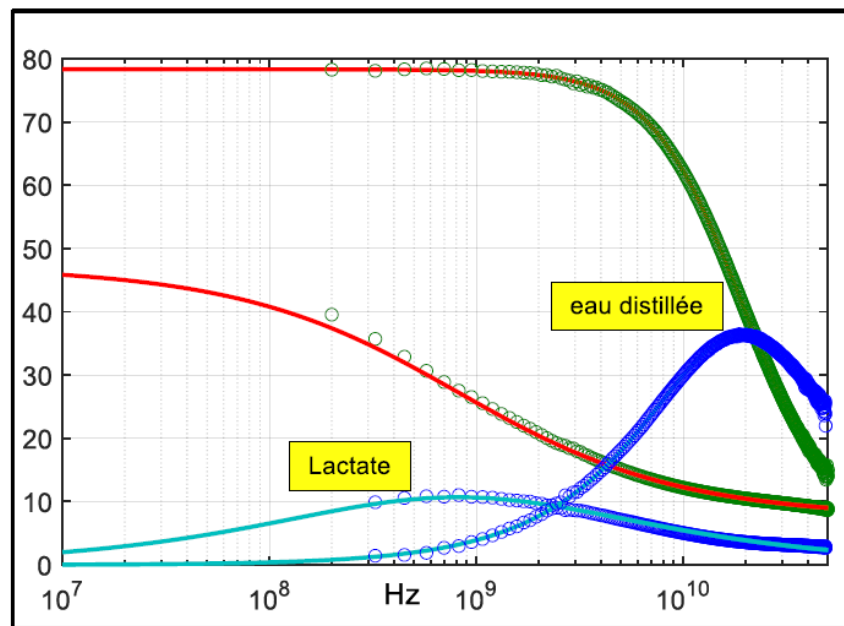


Figure II.31: Comparaison des contributions dipolaires

D'après la figure, nous observons simultanément la baisse de la permittivité statique et le décalage fréquentiel du maximum des pertes qui passe de 19 GHz pour l'eau pure à 1 GHz pour la solution à concentration maximale.

La section suivante présente le modèle empirique de lactate de sodium dérivé des travaux antérieurs de l'équipe de recherche.



## C. Modélisation polynomiale

Le modèle polynomial des paramètres de Cole-Cole qui dépendent de la concentration du lactate de sodium à la température ambiante de 25°C sont dérivés comme suit:

$$\tau(P_s) = 2,022 \times 10^{-2} C^4 + 7,197 \times 10^{-1} C^3 - 3,858 C^2 + 7,023 C + 7,357$$

$$\alpha = 6,124 \times 10^{-5} C^4 - 1,725 \times 10^{-3} C^3 + 9,202 \times 10^{-3} C^2 + 5,311 \times 10^{-2} C + 1,557 \times 10^{-2}$$

$$\varepsilon_s = -2,755 \times 10^{-2} C^4 + 2,263 \times 10^{-1} C^3 + 4,950 \times 10^{-1} C^2 - 7,915 C + 7,825 \times 10^1$$

$$\varepsilon_\infty = -2,382 \times 10^{-3} C^4 + 2,356 \times 10^{-2} C^3 + 3,015 \times 10^{-2} C^2 - 1,667 \times 10^{-1} C + 4,056$$

Il existe dans la littérature plusieurs modèles pour prédire la conductivité. Afin de prédire la conductivité du lactate en fonction de la concentration, l'approche empirique de Casteel-Amis a été utilisée [31]. Elle permet de modéliser la solution aqueuse de lactate jusqu'à la saturation en lactate dans la solution. L'équation (II.4) reproduit mathématiquement la forme de la courbe de conductivité du Lactate de sodium en fonction de la concentration en mol/L, représentée à la Figure II.30.

$$\sigma = \sigma_{\max} \left( \frac{C}{C_{\max}} \right)^a \exp \left[ b(C + C_{\max})^2 - \frac{a}{C_{\max}} (C - C_{\max}) \right] \quad (II. 4)$$

avec

$$C_{\max} = 55,94 \quad a = 0,8874 \quad b = 0,02256 \quad \text{pour } (\sigma \text{ en mS/cm})$$

La conductivité ( $S/m$ ) atteint un maximum  $\sigma_{\max}$  pour une concentration particulière  $C_{\max}$ , a et b sont des coefficients empiriques. Comme décrite par la Figure II.30, grâce à un nombre limité de mesures de concentration entre 0-7,8 mol/L, l'équation de Casteel-Amis permet de retranscrire l'ensemble du comportement de la conductivité du lactate en solution.

## Conclusion

Le travail présenté dans ce chapitre consiste à déterminer les propriétés diélectriques des matériaux des systèmes binaires, ternaires et du lactate à partir de mesures large bande de la sonde coaxiale. La première partie a permis de rappeler les éléments de base pour l'extraction des paramètres de Cole-Cole nécessaires à la modélisation de la permittivité complexe. Nous avons également présenté les résultats de caractérisation large bande (100 MHz-50 GHz) de solution aqueuse de chlorure de sodium et de sucrose et montré que la permittivité électrique relative de la solution varie en fonction de la fréquence et de la concentration. Le modèle (Cole-Cole plus conduction) utilisé, permet de bien prendre en compte le caractère à la fois

ionique et dipolaire de la permittivité des liquide. Ces résultats ont été discutés et comparés aux résultats de la littérature (Peyman et Malmberg).

La seconde partie présente les résultats de mesures des permittivités diélectriques complexes des mélanges ternaires (eau-chlorure de sodium et sucrose) et des solutions aqueuses de Lactate de sodium sur une large bande de fréquences allant de 100 MHz à 50 GHz. Le caractère à la fois dipolaire et ionique du lactate et des mélanges ternaires est bien pris en compte par le modèle de Cole-Cole plus conductivité. L'effet de la conductivité dans les mélanges a été étudié et on a constaté que la conductivité dépendait du rayon ionique d'hydratation. Ensuite, nous avons déterminé des lois comportementales pour remonter à la concentration des solutés en solution.

Afin de compléter l'étude de tous les paramètres qui caractérisent les liquides, les données relatives à la viscosité des systèmes binaires et ternaires trouvées dans la littérature ont montré une augmentation avec la concentration du soluté. Les distances intermoléculaires sont aussi un facteur qui affecte la viscosité, qui est inversement proportionnelle à la température. La présence du chlorure de sodium dans les systèmes ternaires a produit un effet électro-visqueux qui a influencé la viscosité.

Les résultats présentés dans le cadre de ce chapitre sont exploités dans le chapitre III pour concevoir des capteurs hyperfréquences résonants pour la détermination de la concentration chlorure de sodium et de sucrose en solution aqueuse.



## Références bibliographiques du chapitre II

1. Queffelec, P.; Gelin, P. Influence of Higher Order Modes on the Measurements of Complex Permittivity and Permeability of Materials Using a Microstrip Discontinuity. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques* **1996**, *44*, 816–824, doi:10.1109/22.506439.
2. Microwave electronics: measurement and materials characterisation. In; Chen, L., Ed.; John Wiley: Chichester, 2004; p. 211 ISBN 978-0-470-84492-2.
3. Maki, R. Rapid and Robust Fitting of Cole-Cole Models to Electrical Permittivity Spectra. 69.
4. Nocedal, J.; Wright, S. *Numerical Optimization*; 2nd ed. 2006 édition.; Springer-Verlag New York Inc.: New York, 2006; ISBN 978-0-387-30303-1.
5. Levine, I. *Physical Chemistry*; 6th edition.; McGraw-Hill Education: Boston, 2008; ISBN 978-0-07-253862-5.
6. Gadani, D.H.; Rana, V.A.; Bhatnagar, S.P.; Prajapati, A.N.; Vyas, A.D. Effect of Salinity on the Dielectric Properties of Water. *APPL PHYS* **2012**, *50*, 7.
7. Peyman, A.; Gabriel, C.; Grant, E.H. Complex Permittivity of Sodium Chloride Solutions at Microwave Frequencies. *Bioelectromagnetics* **2007**, *28*, 264–274.
8. Ohtaki, H.; Fukushima, N.; Hayakawa, E.; Okada, I. Dissolution Process of Sodium Chloride Crystal in Water. *Pure and Applied Chemistry* **1988**, *60*, 1321–1324, doi:10.1351/pac198860081321.
9. Bobowski, J.S.; Johnson, T. Permittivity Measurements of Biological Samples by an Open-Ended Coaxial Line. *PIER B* **2012**, *40*, 159–183, doi:10.2528/PIERB12022906.
10. Herbert, A.W.; Jackson, C.P.; Lever, D.A. Coupled Groundwater Flow and Solute Transport with Fluid Density Strongly Dependent upon Concentration. *Water Resour. Res.* **1988**, *24*, 1781–1795, doi:10.1029/WR024i010p01781.
11. Buchner, R.; Hefter, G.T.; May, P.M. Dielectric Relaxation of Aqueous NaCl Solutions. *J. Phys. Chem. A* **1999**, *103*, 1–9, doi:10.1021/jp982977k.
12. Chenlo, F.; Moreira, R.; Pereira, G.; Ampudia, A. Viscosities of Aqueous Solutions of Sucrose and Sodium Chloride of Interest in Osmotic Dehydration Processes. *Journal of Food Engineering* **2002**, *54*, 347–352, doi:10.1016/S0260-8774(01)00221-7.
13. Schreiner, C.; Zugmann, S.; Hartl, R.; Gores, H.J. Temperature Dependence of Viscosity and Specific Conductivity of Fluoroborate-Based Ionic Liquids in Light of the Fractional Walden Rule and Angell's Fragility Concept †. *J. Chem. Eng. Data* **2010**, *55*, 4372–4377, doi:10.1021/je1005505.
14. Pérez, S. The structure of sucrose in the crystal and in solution. In *Sucrose*; Mathlouthi, M., Reiser, P., Eds.; Springer US: Boston, MA, 1995; pp. 11–32 ISBN 978-1-4613-6150-3.
15. Telis, V.R.N.; Telis-Romero, J.; Mazzotti, H.B.; Gabas, A.L. Viscosity of Aqueous Carbohydrate Solutions at Different Temperatures and Concentrations. *International Journal of Food Properties* **2007**, *10*, 185–195, doi:10.1080/10942910600673636.
16. Malmberg, C.G.; Maryott, A.A. Dielectric Constant of Water from 0 to 100 C. *J. RES. NATL. BUR. STAN.* **1956**, *56*, 1, doi:10.6028/jres.056.001.
17. Kaatze, U. Complex Permittivity of Water as a Function of Frequency and Temperature. *J. Chem. Eng. Data* **1989**, *34*, 371–374, doi:10.1021/je00058a001.
18. Rattu, G. Lactate Detection Sensors for Food, Clinical and Biological Applications: A Review. *Environmental Chemistry Letters* 18.
19. Bakker, J.; Nijsten, M.W.; Jansen, T.C. Clinical Use of Lactate Monitoring in Critically Ill Patients. *Ann Intensive Care* **2013**, *3*, 12, doi:10.1186/2110-5820-3-12.

20. Parra, A.; Casero, E.; Vázquez, L.; Pariente, F.; Lorenzo, E. Design and Characterization of a Lactate Biosensor Based on Immobilized Lactate Oxidase onto Gold Surfaces. *Analytica Chimica Acta* **2006**, *555*, 308–315, doi:10.1016/j.aca.2005.09.025.
21. Milagres, M.P.; Brandão, S.C.C.; Magalhães, M.A.; Minim, V.P.R.; Minim, L.A. Development and Validation of the High Performance Liquid Chromatography–Ion Exclusion Method for Detection of Lactic Acid in Milk. *Food Chemistry* **2012**, *135*, 1078–1082, doi:10.1016/j.foodchem.2012.05.047.
22. Barker, S.B.; Summerson, W.H. THE COLORIMETRIC DETERMINATION OF LACTIC ACID IN BIOLOGICAL MATERIAL. *Journal of Biological Chemistry* **1941**, *138*, 535–554, doi:10.1016/S0021-9258(18)51379-X.
23. Heinemann, B. A Rapid Colorimetric Method for the Determination of Lactic Acid in Milk. *Journal of Dairy Science* **1940**, *23*, 969–972, doi:10.3168/jds.S0022-0302(40)95581-3.
24. Biagi, S.; Ghimenti, S.; Onor, M.; Bramanti, E. Simultaneous Determination of Lactate and Pyruvate in Human Sweat Using Reversed-Phase High-Performance Liquid Chromatography: A Noninvasive Approach. *Biomedical Chromatography* **2012**, *26*, 1408–1415, doi:https://doi.org/10.1002/bmc.2713.
25. Goh, J.H.; Mason, A.; Al-Shamma'a, A.I.; Field, M.; Browning, P. LACTATE DETECTION USING MICROWAVE SPECTROSCOPY FOR IN-SITU MEDICAL APPLICATIONS. *International Journal on Smart Sensing and Intelligent Systems* **2011**, *4*, 338–352, doi:10.21307/ijssis-2017-443.
26. Currano, L.J.; Sage, F.C.; Hagedon, M.; Hamilton, L.; Patrone, J.; Gerasopoulos, K. Wearable Sensor System for Detection of Lactate in Sweat. *Sci Rep* **2018**, *8*, 15890, doi:10.1038/s41598-018-33565-x.
27. Payne, M.E.; Zamarayeva, A.; Pister, V.I.; Yamamoto, N.A.D.; Arias, A.C. Printed, Flexible Lactate Sensors: Design Considerations Before Performing On-Body Measurements. *Sci Rep* **2019**, *9*, 13720, doi:10.1038/s41598-019-49689-7.
28. Genin, G. L'EMPLOI DU LACTATE DE SODIUM DANS L'INDUSTRIE DES PRODUITS COSMÉTIQUES. *Le Lait* **1963**, *43*, 277–286.
29. Talasniemi, J.P.; Pennanen, S.; Savolainen, H.; Niskanen, L.; Liesivuori, J. Analytical Investigation: Assay of d-Lactate in Diabetic Plasma and Urine. *Clinical Biochemistry* **2008**, *41*, 1099–1103, doi:10.1016/j.clinbiochem.2008.06.011.
30. Ren, J.; Sherry, A.D.; Malloy, C.R. Noninvasive Monitoring of Lactate Dynamics in Human Forearm Muscle after Exhaustive Exercise by <sup>1</sup>H-Magnetic Resonance Spectroscopy at 7 Tesla. *Magnetic Resonance in Medicine* **2013**, *70*, 610–619, doi:10.1002/mrm.24526.
31. Casteel, J.F.; Amis, E.S. Specific Conductance of Concentrated Solutions of Magnesium Salts in Water-Ethanol System. *J. Chem. Eng. Data* **1972**, *17*, 55–59, doi:10.1021/je60052a029.

## **CHAPITRE III**

### **PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT, MODELISATION ET CONCEPTION**

Pour développer un capteur hyperfréquence, nous devons concevoir un système hyperfréquence dont la variation tangible d'au moins un de ses paramètres de caractérisation est causée par une variation correspondante de la permittivité. La performance optimale d'un capteur est atteinte lorsque l'interaction entre le capteur et l'échantillon est maximisée, ce qui maximise par conséquent la variation du ou des paramètres de caractérisation.

Le capteur proposé dans cette recherche est conçu à l'aide de système planaire micro-onde constitué de deux résonateurs (SRR). Ce chapitre présente une approche théorique de la réalisation d'un capteur en technologie planaire micro-ondes avec deux SRR, et ce pour caractériser différentes solutions aqueuses.



## Sommaire

Chapitre III : Conception du capteur ; Principe de fonctionnement et modélisation.....	117
Introduction.....	117
1. Technologies et généralités .....	118
1.1. Choix de la technologie.....	118
1.2. Identification des fréquences d'intérêt.....	119
2. Etude théorique du résonateur SRR.....	120
3. Topologie et Conception du capteur basé sur deux résonateurs SRR .....	122
3.1. Théorie de base et principe d'exploitation du Capteur .....	122
3.2. Structure et simulation du Capteur.....	125
3.2.1. Présentation de deux résonateurs SRR couplés .....	125
3.2.2. Capteur et porte-échantillon.....	127
3.2.3. Simulation et optimisation du capteur avec un échantillon .....	128
4. Approche électromagnétique du capteur (Impact des différents paramètres sur le capteur)	129
4.1. Influence de la largeur des couplages inter SRR.....	130
4.2. Influence du porte-échantillon .....	131
4.3. Influence de la position du système d'excitation .....	134
4.4. Géométrie du SRR (Influence de la largeur des lignes ( $w$ ) et des fentes ( $g$ ) .....	136
4.5. Choix des différentes caractéristiques/ Dimensionnement final de notre capteur. .	139
5. Modélisation du capteur .....	139
5.1. Etude paramétrique du capteur.....	140
5.1.1. Loi de variation en basse fréquence.....	140
5.1.2. Lois des variations autour de la fréquence de résonance.....	143
Conclusion .....	146
Références bibliographiques du chapitre III.....	147





---

## **Chapitre III : Conception du capteur : Principe de fonctionnement et modélisation**

### **Introduction**

---

Ce chapitre détaille la procédure adoptée pour concevoir un capteur électromagnétique utilisant une méthode résonante pour le suivi de concentration d'échantillons de solutions aqueuses de l'ordre du microlitre. La conception d'un capteur n'est pas une tâche facile. De nombreux critères et contraintes doivent être pris en compte tels que les aspects technologiques, le type de capteur, le type de signal, la gamme de fréquences et la taille du capteur. Suite aux travaux présentés dans le chapitre précédent, le comportement diélectrique des matériaux est maintenant décrit par des modèles numériques. Les résultats de ces modélisations vont servir au cours de la phase de conception du capteur résonant. La réalisation d'un prototype expérimental permettra de valider le fonctionnement du point de vue de l'interaction entre l'onde électromagnétique et les différentes solutions étudiées, mais surtout de servir de preuve de concept enfin d'évaluer expérimentalement la sensibilité obtenue.

Comme nous l'avons vu au cours du premier chapitre, il existe plusieurs méthodes de détermination de la concentration d'un soluté dans une solution aqueuse. Une de ces méthodes consiste à utiliser les structures résonantes qui sont très répandues dans la conception de composants microondes. Il est bien établi dans la littérature [1–4] que les méthodes résonantes sont largement utilisées pour l'analyse des propriétés électromagnétiques des matériaux diélectriques en raison de leur précision. Nous avons donc choisi de développer un capteur résonant destiné à extraire les concentrations de solutés au sein d'un échantillon de solution aqueuse.

Dans ce contexte, des arguments quant au choix de la technologie la mieux adaptée et de la fréquence de fonctionnement seront présentés au cours de ce chapitre, en s'appuyant sur la réponse diélectrique des liquides. Puis, en nous appuyant sur des simulations électromagnétiques nous verrons comment optimiser la sensibilité de ces dispositifs et quelles sont les métriques que nous avons choisies. L'approche expérimentale que nous avons suivie au cours de ces travaux ainsi que les résultats des mesures seront détaillés dans le chapitre quatre de ce manuscrit.

# 1. Technologies et généralités

## 1.1. Choix de la technologie

Suivant les applications souhaitées, la conception d'un capteur dédié au suivi de concentration nécessite l'analyse préalable d'un ensemble de considérations liées aux composés à détecter. Comme nous l'avons montré dans la section précédente, les concentrations des solutés présents dans les mélanges ternaires précédemment décrits peuvent être identifiées à partir des caractéristiques diélectriques des solutions sur le spectre RF. Pour atteindre des sensibilités élevées, le choix s'oriente sur une topologie de capteur résonant planaire RF. En plus des grandes sensibilités qui peuvent être atteintes, les capteurs résonants nécessitent généralement une électronique de commande et des systèmes d'alimentation/excitation relativement simples pour effectuer les mesures, ce qui permet une intégration facile et une bonne portabilité. Le choix d'une structure planaire permet en outre de conforter cette compacité tout en assurant une fabrication facile, rapide et peu onéreuse. Des analyses sur les propriétés diélectriques des solutions permettant d'identifier les concentrations recherchées ont permis de dégager les facteurs représentés dans le Tableau III.1, celui-ci récapitule les facteurs importants pour la conception d'un capteur dédié au suivi des concentrations en chlorure de sodium et sucrose dans un mélange ternaire.

En effet, l'étude présentée au chapitre précédent a démontré l'influence en basse fréquence (au travers de la conductivité) de la concentration en ions apportés par le chlorure de sodium alors que leur influence sur les fréquences plus élevées se fait essentiellement au travers de la modification (faible) de la viscosité. Cet aspect ionique pourra notamment être détecté par une structure présentant une capacité série entre le port d'entrée et de sortie.

A l'inverse, la concentration en sucrose à une incidence forte à haute fréquence car les valeurs et les variations de la partie réelle de la permittivité  $y$  sont plus importantes, et son influence en basses fréquences se fait au travers des modifications de la viscosité du mélange ternaire. Ces modifications de viscosité liées à la concentration en sucrose sont significatives.

Pour l'aspect dipolaire, on utilisera la résonance de notre dispositif à une fréquence située dans le spectre RF. Pour optimiser l'interaction entre le champ électrique et notre échantillon, il faudra veiller à placer celui-ci dans une zone où le champ sera maximal.

Tableau III.1: Facteurs importants pour la conception du capteur

	Contribution	Exploitation
<b>Aspect Ionique (Basse Fréquence)</b>	Capacité série entre le port d'entrée et de sortie	Partie imaginaire de la permittivité principalement (Conductivité)
<b>Aspect Dipolaire (Haute Fréquence)</b>	Structure résonante	Parties réelles de la permittivité (Principalement) et parties imaginaires de la permittivité.
	Positionnement de l'échantillon	Fréquence de résonance de la structure
<b>Une seule structure, Une seule position de l'échantillon</b>		

Pour limiter la manipulation des échantillons le capteur a été conçu pour extraire simultanément les informations basses fréquences (conductivité) et hautes fréquences (fréquence de résonance...). A l'aide de ces informations, il est possible d'extraire simultanément les concentrations de chlorure de sodium et de sucrose des mélanges ternaires.

## 1.2. Identification des fréquences d'intérêt

Sur la base des considérations détaillées ci-dessus, et pour identifier la meilleure fenêtre de fréquence pour la détection, les variations maximales de la partie réelle de la permittivité diélectrique obtenues grâce aux caractérisations EM présentées dans le chapitre II ont été calculées. En effet, la dynamique de la réponse du capteur est intrinsèquement liée (mais pas exclusivement) aux variations créées par l'échantillon qui sont elles-mêmes consécutives aux variations de ses propriétés diélectriques (et notamment de la partie réelle de la permittivité). La sensibilité du capteur sera alors maximale lorsque la dynamique de variation de la permittivité sera la plus grande.

Ainsi, pour chaque fréquence, la partie réelle de la permittivité des échantillons est soustraite de celle de l'eau deionisée (car la permittivité réelle de tous les mélanges ternaires est inférieure à celle de l'eau pure). La Figure III.1 représente la différence des permittivités réelles résultantes tracée en fonction de la fréquence ( $f$ ) pour quelques solutions ternaires.

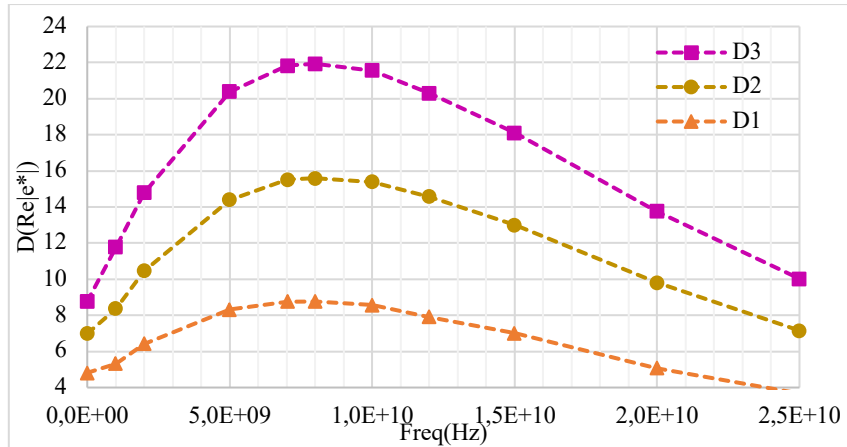


Figure III.1:  $\Delta\epsilon'(f)$ , Différence maximale de la partie réelle de la permittivité en fonction de la fréquence.

Ce graphique montre que la dynamique maximale pour la partie réelle de la permittivité est atteinte autour de 7 GHz. Une fréquence de fonctionnement autour de 7 GHz a donc été retenue.

Une fois cette fréquence optimale de fonctionnement choisie, l'étape suivante consiste à choisir, dimensionner et optimiser la topologie du capteur. Afin de répondre à l'ensemble des critères présentés dans le Tableau III.1, un capteur basé sur deux résonateurs en boucle ouverte (SRR) a été étudié. Avant de présenter la conception de ce capteur, nous présentons dans la partie suivante l'étude théorique d'un résonateur en boucle ouverte (SRR).

## 2. Etude théorique du résonateur SRR

La proposition développée dans ce chapitre est basée sur des résonateurs microban en boucle ouverte qui sont largement utilisés comme capteurs de détection en raison de leur facteur de qualité élevé et de leur petite taille [5–7]. De par leur repliement, ces structures ont un encombrement réduit, ce qui permet la réalisation de dispositifs miniatures [8]. Les résonateurs à boucle ouverte (SRR) peuvent être classés en fonction de la façon dont les boucles sont imprimées sur les faces du substrat [7,8]. La Figure III.2 ci-dessous montre quelques exemples de structure SRR.

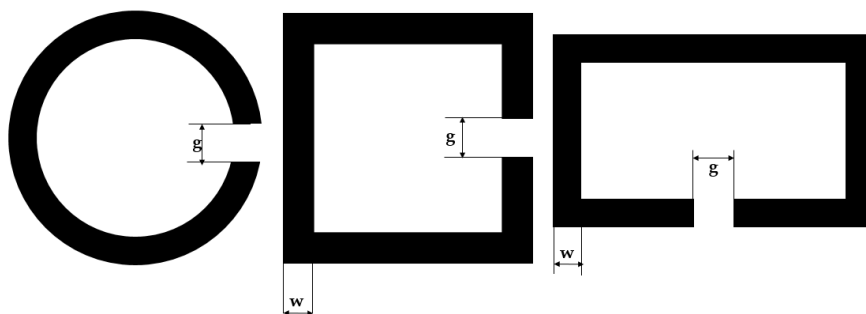


Figure III.2: quelques géométries de résonateur en boucle ouverte

Dans les cas illustrés à la Figure III.3, la région inductive est approximativement délimitée par la circonférence de l'anneau, et la région capacitive est la région comprise entre les deux faces parallèles de part et d'autre de l'espace de la boucle [7,9]. Par conséquent, pour caractériser les liquides du chapitre II, il est nécessaire de perturber le champ électrique à l'intérieur de l'espace de la boucle. Les paramètres géométriques du résonateur en anneau définissent la fréquence de résonances [10][6] [7]. Ces structures peuvent être modélisées par un circuit LC parallèle autour de leur fréquence de résonance [11].

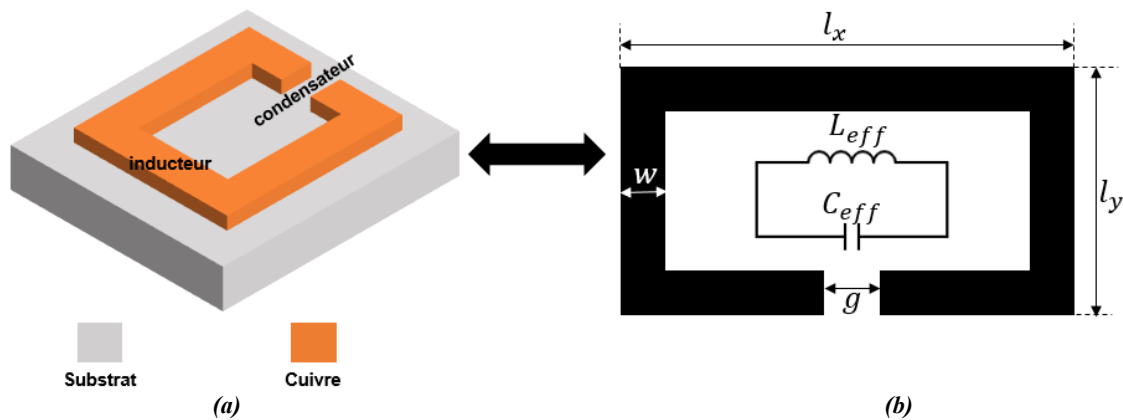


Figure III.3: Géométrie du Résonateur à boucle ouvert (a); Circuit équivalent LC (b)

Ainsi, le circuit équivalent d'un résonateur peut être représenté par la Figure III.4.

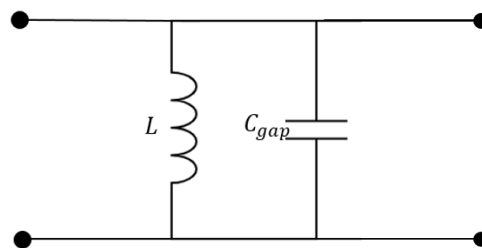


Figure III.4: Circuit équivalent LC d'une structure d'un SRR

L'expression analytique de la fréquence de résonance peut être obtenue à partir de ce circuit équivalent, car c'est la fréquence où les parties réactives du condensateur et de l'inducteur s'annulent mutuellement [9]. Sous cette condition, la fréquence de résonance s'écrit [12–15]:

$$f_r = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_{eff}C_{eff}}} = \frac{c_0}{2\pi\sqrt{\epsilon_{eff}\sqrt{l_x l_y}}}\sqrt{\frac{g}{w}} \quad (III.1)$$

où  $L_{eff}$  et  $C_{eff}$  désignent l'inductance et la capacité équivalentes du résonateur, respectivement ;  $c_0$  est la vitesse de la lumière ;  $g$  la fente et  $\epsilon_{eff}$  est la constante diélectrique effective de la ligne microruban à la fréquence de résonance.

Les paramètres du modèle de circuit de la Figure III.4 peuvent être déduits de la simulation électromagnétique par des équations suivant une méthodologie similaire à celle

expliquée dans [16]. La capacité équivalente ( $C_{eff}$ ) totale du résonateur peut être décomposée en deux capacités, l'une provenant de la surface du résonateur (capacité de surface) et l'autre de l'écart entre les boucles concentriques (voir figure). La capacité de surface est fournie par des charges sur la surface de la boucle et l'écart entre les boucles peut être considéré comme une capacité à plaques parallèles qui s'exprime comme suit [17,18]:

$$C_{gap} = \epsilon_0 \left[ \frac{wh}{g} \right] \quad (III.2)$$

où  $w$  et  $h$  sont la largeur et l'épaisseur des anneaux métalliques, respectivement, et  $\epsilon_0$  est la permittivité de l'espace libre et  $g$  la fente.

L'inductance peut être approximée par celle d'un anneau fermé, dont la valeur effective ( $L_{eff}$ ) peut être approximée comme suit [19]:

$$L_{eff} = \frac{\mu_0}{\pi} \left[ (l_x + l_y) \ln \left( \frac{2l_x l_y}{h + w} \right) - l_x \ln \left( l_x + \sqrt{l_x^2 + l_y^2} \right) - l_y \ln \left( l_y + \sqrt{l_x^2 + l_y^2} \right) - \frac{l_x + l_y}{2} + 2 \sqrt{l_x^2 + l_y^2} + 0.447(w + h) \right] \quad (III.3)$$

où  $\mu_0$  est la perméabilité de l'espace libre,  $l_x$  et  $l_y$  sont respectivement la largeur et la longueur de la boucle rectangulaire et  $h$  et  $w$  sont la hauteur et la largeur de la section transversale du conducteur, comme sur la figure III.3 [20].

En s'appuyant sur ces considérations pour un résonateur SRR, nous présenterons dans la section suivante le détail de la conception du capteur basé sur deux résonateurs SRR.

### **3. Topologie et Conception du capteur basé sur deux résonateurs SRR**

#### **3.1. Théorie de base et principe d'exploitation du Capteur**

La géométrie d'un capteur basé sur deux résonateurs peut être définie par les dimensions indiquées à la Figure III.5. Ce capteur consiste en deux SRR rectangulaires, de dimension identique, réalisés sur une technologie microruban alimentés par un couplage direct.

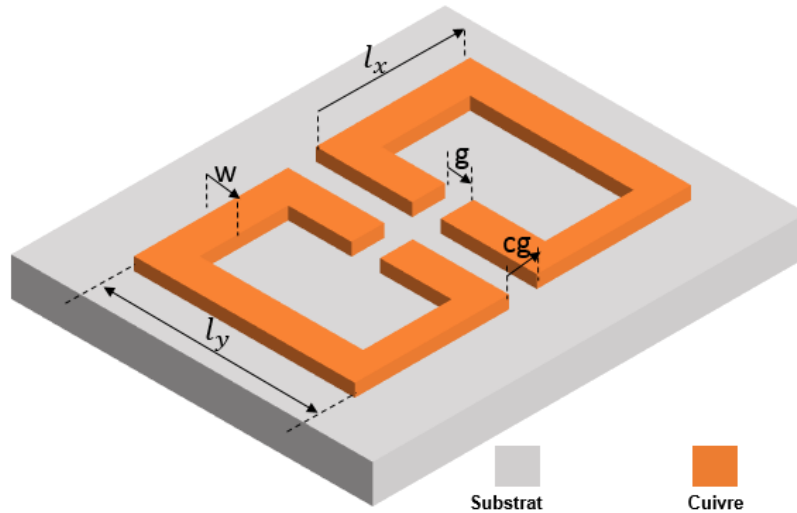


Figure III.5: schéma du résonateur symétrique en boucle ouverte.

Cette topologie en boucle ouverte symétrique est choisie pour le capteur car elle possède un nombre important de degrés de liberté au niveau des résonateurs et elle présente de bonnes performances. Le concept du résonateur est similaire à celui publié dans les travaux précédent [21].

Outre cela, cette topologie présente une zone où la concentration du champ électrique est importante (zone de couplage électrique) et donc a priori une sensibilité élevée. Enfin, cette topologie est compatible avec les exigences en basse fréquence décrites dans le Tableau III.1 (présence d'une capacité série entre l'entrée et la sortie interagissant avec l'échantillon). En effet, pour réaliser des mesures de conductivité à basse fréquence, une méthode classique consiste à concevoir une capacité série entre deux ports et à y placer le matériau à tester (MUT). Le MUT affecte la capacité série, qui est ainsi court-circuitée en raison de la présence et du déplacement d'ions si le MUT est conducteur. La mesure de la résistance résultante permet d'extraire la conductivité.

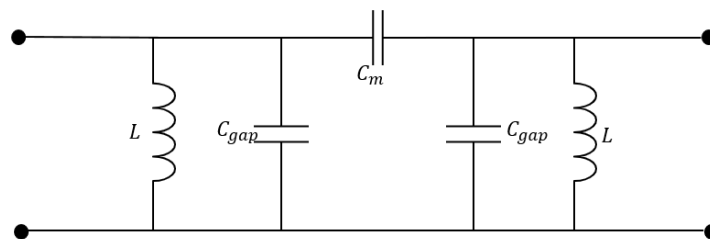


Figure III.6: Circuit équivalent de deux SRR couplés électriquement

L'un des facteurs clés de la conception d'un capteur micro-ondes utilisant des SRR couplés est de comprendre comment ils sont excités à leur fréquence de résonance. En considérant le



modèle de circuit de la Figure III.6, la fréquence de résonance des résonateurs couplés électriquement peut être estimée à l'aide de l'équation suivante [22–25]:

$$f_r = \frac{1}{\sqrt{L_{\text{eff}}(C_{\text{eff}} \pm C_m)}} \quad (III.4)$$

où  $C_m$  représente la capacité par unité de longueur entre les anneaux. Comme la longueur des boucles de chacun des brins est égale, ils ont, pris individuellement, des fréquences de résonance identiques pour une permittivité ambiante donnée. Cependant, ces boucles étant fortement couplées électriquement, ce couplage crée un décalage fréquentiel de chaque résonateur. Ce couplage est directement lié aux grandeurs géométriques de la structure.

Le principe de détection d'une telle topologie, avec l'échantillon placé sur la zone de couplage entre les SRR, est basé sur la modification de la capacité effective en présence de l'échantillon qui affecte les propriétés diélectriques du système. Ce principe peut être modélisé par le circuit à éléments localisés présenté à la Figure III.7.

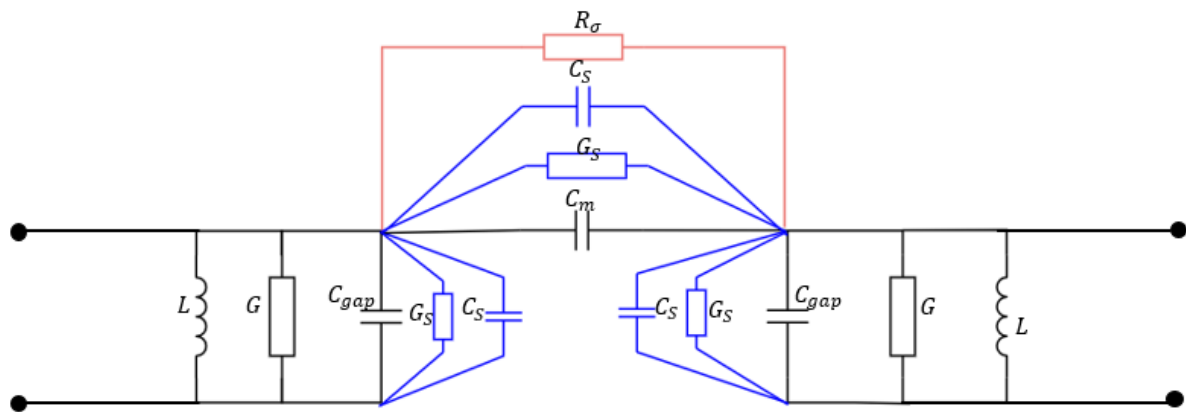


Figure III.7: Schéma équivalent LC du capteur

Dans cette figure,  $C_m$  la capacité série représentant le couplage entre les deux résonateurs et  $R_\sigma$ , résistance série, modélise l'effet conducteur apporté par les ions existant dans la solution, qui est proportionnel à la fréquence angulaire  $\omega$  divisée par la conductivité statique  $\sigma_s$ . Ainsi,  $R_\sigma$  est très faible à basse fréquence (comportement de court-circuit) et augmente rapidement lorsque la fréquence augmente (comportement de quasi-circuit ouvert). L'utilisation d'un tel principe de détection série-capacité pour les basses fréquences permet de réaliser des mesures de conductivité, mais limite également les possibilités de conception des capteurs micro-ondes. Les éléments  $C_{gap}$ , et  $L$  modélisent respectivement le premier et le second résonateur et enfin  $G_s$ ,  $C_s$ , font référence aux contributions diélectriques de l'échantillon (MUT) à chaque élément constitutif du modèle de capteur.

Dès lors que nous avons présenté le principe de fonctionnement du capteur basé sur deux résonateurs, nous allons maintenant présenter les résultats des simulations de ce capteur.

### 3.2. Structure et simulation du Capteur

#### 3.2.1. Présentation de deux résonateurs SRR couplés

Sur la base de l'analyse qui précède, le capteur basé sur deux résonateurs (SRR) a été conçu et a été simulé avec le logiciel HFSS. La Figure III.8 présente une vue en 3D du SRR conçu dans HFSS et alimenté par des lignes microruban. Les paramètres géométriques de conception utilisés pour le résonateur sont présentés dans le Tableau III.2 et décrits par la Figure III.8. Le substrat utilisé est le RT Duroid 5880 de chez Rogers qui présente une permittivité relative de 2,2, une tangente de pertes de l'ordre de 0,0009 et une épaisseur de 0.8 mm.

Tableau III.2: Dimension du SSR

h(mm)	$l_x$ (mm)	$l_y$ (mm)	w (mm)	g (mm)
0.035	5,1	6,4	1,8	2

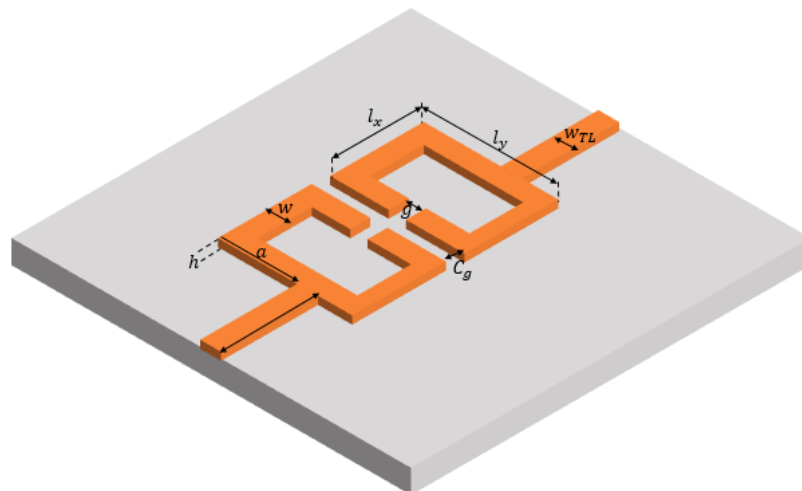


Figure III.8: Résonateur en boucle ouvert avec les ports d'excitation.

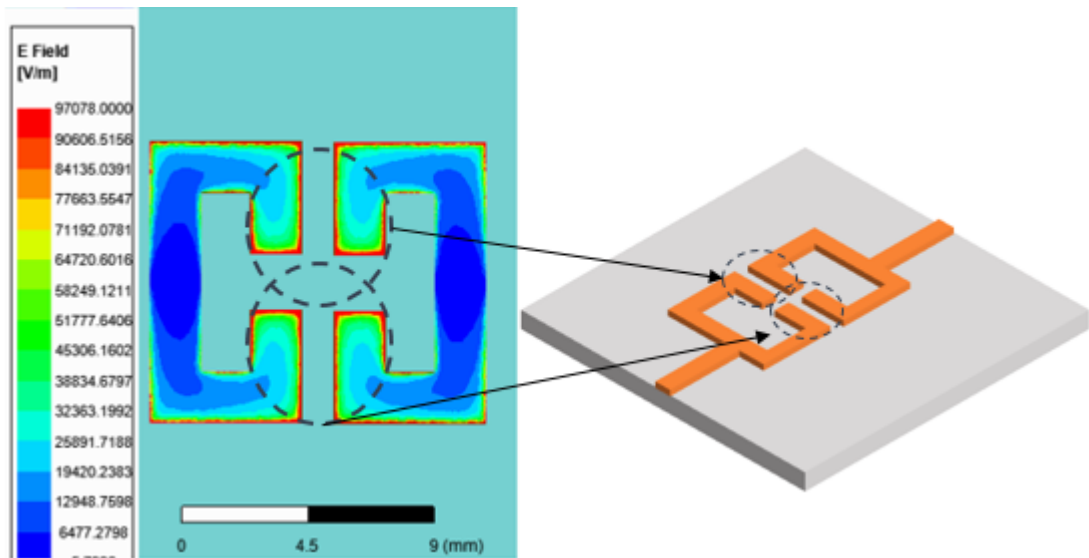


Figure III.9: Champ électrique du résonateur à boucle ouverte (les cercles en pointillés indiquent les zones de forts champs électriques)

La distribution du champ électrique représenté à la Figure III.9, permet d'identifier les endroits où ce dernier est le plus élevé dans la structure. On constate que le champ électrique est plus fort dans les régions à couplage capacitif que dans les autres régions. La majorité de l'énergie du champ électrique est stockée dans la région parallèle entre les deux conducteurs (Figure III.7). La forte concentration du champ électrique au niveau de l'espace 'Cg' du résonateur constitue donc une région pertinente pour la détection.

Les résultats de simulation de la Figure III.10 présentent les coefficients de transmission et de réflexion simulés du capteur tel que présenté à la Figure III.9.

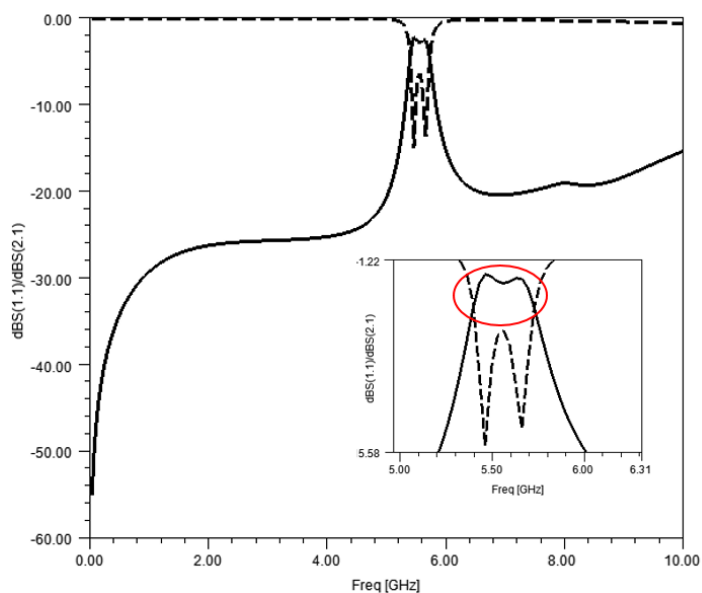


Figure III.10: Paramètres S simulé du résonateur en boucle ouverte à vide en dB(S11) trait pointillé et (S21) trait plein

Nous pouvons noter qu'en raison du fort couplage électrique, la réponse en transmission fait bien apparaître deux pôles répartis de part et d'autre de la fréquence centrale intrinsèque à chaque résonateur pris séparément.

### 3.2.2. Capteur et porte-échantillon

La méthode la plus simple pour perturber la réponse de ce capteur est d'exploiter l'espace de couplage inter résonateurs. Pour cela, compte tenu de la nature liquide des échantillons, un porte échantillon est nécessaire. La forme et les dimensions de ce porte-échantillon sont réalisées en fonction de la sensibilité obtenue avec les échantillons modélisés tout en tenant compte également d'aspects pratiques tels que la facilité de vidage/nettoyage après usage. Il est important d'évaluer l'impact du porte-échantillon sur la réponse du capteur à vide.

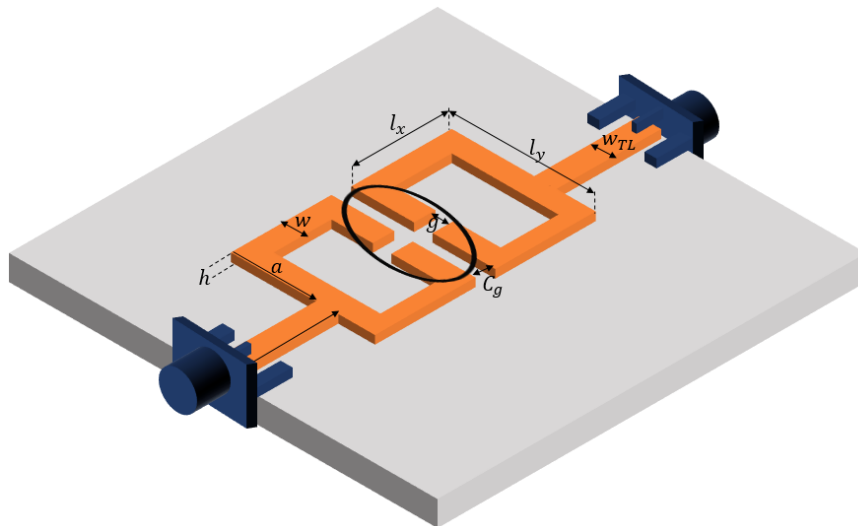


Figure III.11: Capteur base sur deux SRR avec le port échantillon

L'effet du porte-échantillon sur les paramètres S est présenté sur la Figure III.12. On remarque un léger décalage de la fréquence centrale entre le capteur avec le porte échantillon et sans le porte échantillon. Ce décalage de fréquence du capteur à vide, est dû à la charge capacitive apportée par le porte-échantillon sur le résonateur.

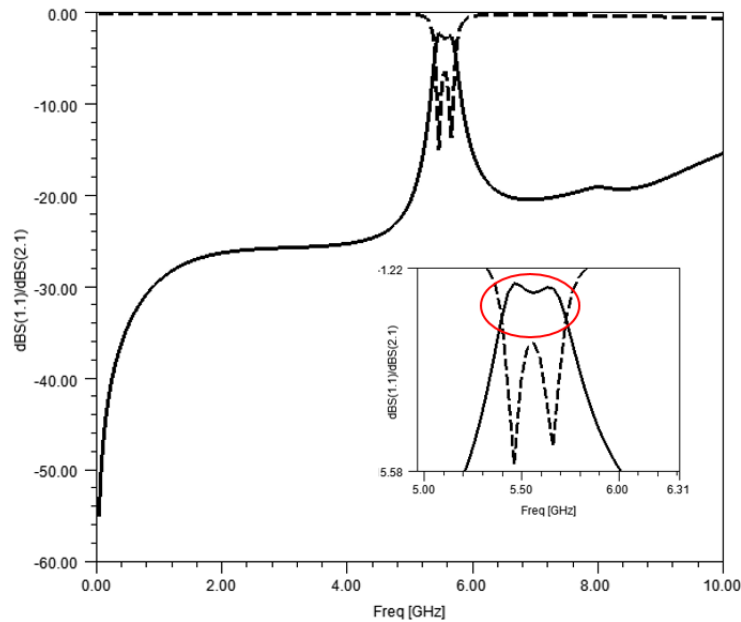


Figure III.12: Paramètres  $S$  simulé du capteur à vide en  $\text{dB}(S_{11})$  trait pointillé et  $(S_{21})$  trait plein

Le résultat de simulation de la Figure III.12 présente des similarités entre le capteur sans (Figure III.10) et avec le porte-échantillon. Les différences apportées par la présence du porte-échantillon, ne génèrent pas de difficultés majeures pour la suite du travail, elles sont en tout cas insignifiantes au regard des modifications apportées par la présence d'un échantillon qui est présentée dans la section suivante.

### 3.2.3. Simulation et optimisation du capteur avec un échantillon

Une simulation avec le logiciel HFSS du capteur avec un échantillon placé dans la zone sensible (Figure III.11) entre les deux SRR a été effectuée et les paramètres  $S$  résultants ont été observés. Dans un premier temps, pour obtenir une référence, la simulation a été effectuée en utilisant de l'eau déionisée. Le modèle Cole-Cole de l'eau proposé au chapitre II a donc été introduit intrinsèquement dans le logiciel HFSS. L'effet de l'échantillon d'eau sur la réponse fréquentielle du capteur est présenté sur la Figure III.13. Sur les paramètres  $S$  obtenus à l'issue de la simulation (Figure III.12), on constate une forte modification de la réponse électrique du dispositif due à une modification importante du couplage des résonateurs. L'échantillon d'eau inséré entraîne un affaiblissement du  $S_{21}$  du fait de sa permittivité très élevée, entraînant ainsi la disparition des deux pôles de fréquences (Figure III.12) et l'étalement de la bande passante (Figure III.13).

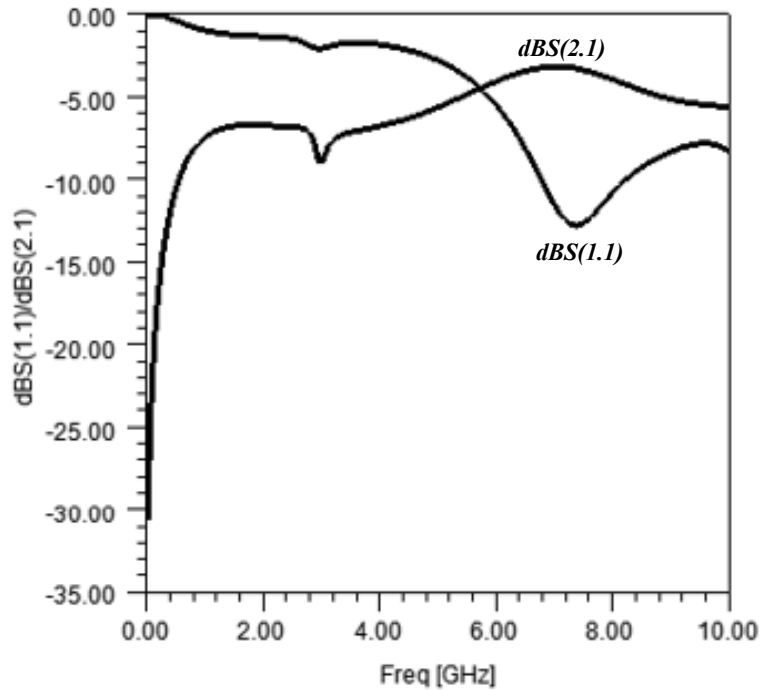


Figure III.13: Paramètres S simulés du résonateur en boucle ouvert avec de l'eau en dB.

Ayant maintenant une simulation pour l'ensemble capteur/porte-échantillon/échantillon (avec de l'eau déionisée), l'étape suivante consiste à optimiser le capteur et plus particulièrement ces paramètres dimensionnels.

#### 4. Approche électromagnétique du capteur (Impact des différents paramètres sur le capteur)

Pour comprendre l'influence électromagnétique de chaque paramètre dimensionnel sur les performances du capteur des études paramétriques sont nécessaires. La structure a des éléments dimensionnels qui, lorsqu'ils sont modifiés, produisent des variations des paramètres S. Cette étude paramétrique a été effectuée en tenant compte des limites technologiquement réalisables. Ainsi, l'objectif est multiple, il s'agit en premier lieu d'obtenir un capteur ayant une réponse optimale, avec une réponse électrique qui varie lorsqu'on a des variations de concentration des solutés. En outre, il faut non seulement obtenir un capteur réalisable compte-tenu des limites technologiques, c'est-à-dire que la réalisation des lignes et fentes très étroites ne sera pas possible, mais aussi évaluer la sensibilité de notre structure aux tolérances de fabrication.

Pour la suite, différents paramètres dimensionnels sont donc modifiés individuellement et les simulations sont lancées en intégrant dans la structure HFSS les échantillons modélisés avec différentes concentrations (A1, A2, B0, C0, C3, D0 et D1) tels qu'ils ont été présentés au chapitre II.

## 4.1. Influence de la largeur des couplages inter SRR

Pour étudier les mécanismes de couplage entre les brins du résonateur, on fait varier la distance de séparation entre eux et on observe les paramètres S obtenus suite aux simulations. Le paramètre  $C_g$  varie entre différentes valeurs : 1.2, 1.4, 1.6, 1.8 et 2mm. Les résultats suivants présentent l'effet de la variation de la distance entre les résonateurs de la structure pour deux types de solutions : sucrose (Figure III.14) et chlorure de sodium (Figure III.15).

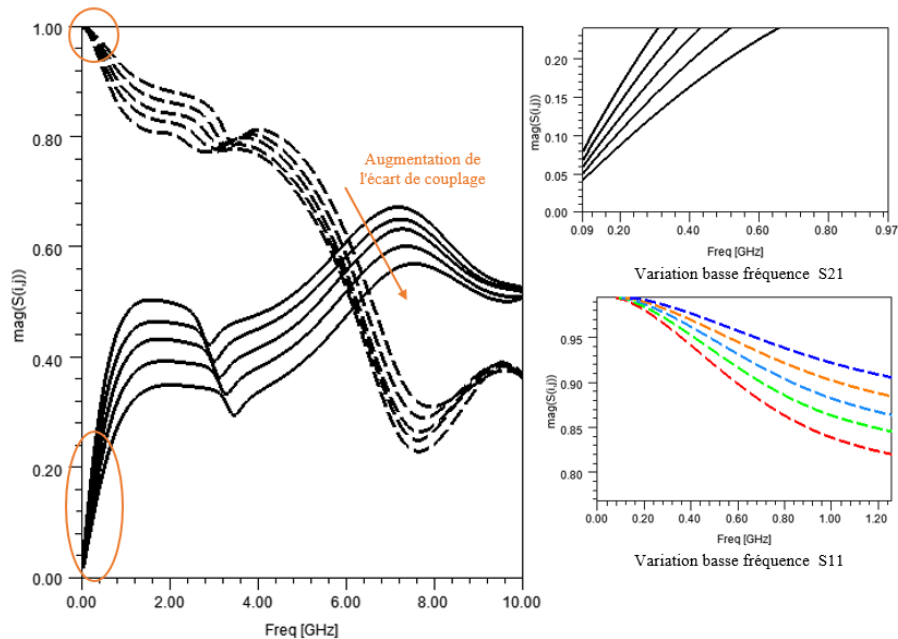


Figure III.14: Variation paramètres S du résonateur avec l'échantillon de la solution aqueuse de sucrose (A2)

La Figure III.14 montre qu'autour des fréquences de résonance, lorsque la largeur  $C_g$  augmente, les pertes d'insertion (à la résonance) augmentent et le pic de fréquence se déplace légèrement vers les hautes fréquences. On constate également en basse fréquence (100-200 MHz) une réduction des pertes d'insertion ( $S_{21}$ ) et aucune variation ( $\max=1$ ) sur le coefficient de réflexion ( $S_{11}$ ) quand l'écart de couplage augmente.

Dans le cas de solution de chlorure de sodium (Figure III.15), on remarque une différence de comportement aux basses fréquences. En effet, les pertes d'insertion et le coefficient de réflexion varie avec l'écart  $C_g$ .

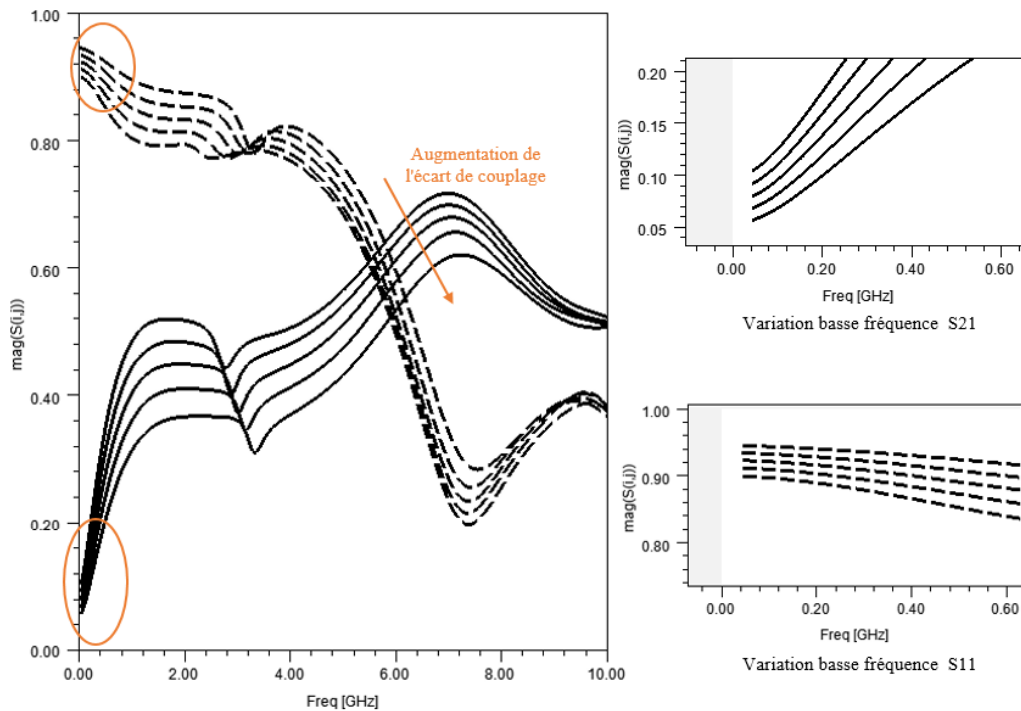


Figure III.15: Variation paramètre  $S$  du résonateur avec l'échantillon de la solution aqueuse de chlorure de sodium ( $B_0$ )

Remarquons également que le coefficient de réflexion est en dessous de 1 quel qu'en soit l'écart de couplage en comparaison à la solution sucrée de la Figure III.14, aussi on constate que les pertes d'insertion diminuent avec l'augmentation de l'écart de couplage et ne dépassent jamais celle de la solution de sucrose.

De cette analyse on conclue donc que l'écart de couplage permet de séparer l'aspect ionique de l'aspect dipolaire en basse fréquence et plus haut en fréquence le choix du couplage est fait en tenant compte de la bande passante. Pour cela un compromis entre les différents paramètres est nécessaire. Prenant en compte ce dernier aspect, l'écart de 1.2 mm a donc été préféré pour cette étude. Le gap de couplage étant optimisé et fixé, l'étude électromagnétique s'orientera sur l'influence de la position du porte-échantillon.

## 4.2. Influence du porte-échantillon

L'étude faite sur l'écart de couplage a permis de comprendre son importance pour mieux caractériser les solutions aqueuses de chlorure de sodium. Cependant l'étude de la position du porte-échantillon est cruciale. Dans le Tableau III.1 sont présentés les facteurs important à considérer pour la conception du capteur. Prenant ces facteurs en compte, le porte-échantillon doit être placé là où le champ électromagnétique est le plus fort pour pouvoir détecter les solutions aqueuses à caractère dipolaire (eau, solution aqueuse de sucrose), et une fente entre l'entrée et la sortie pour détecter la solution de chlorure de sodium. De l'analyse des champs,



il ressort que le porte-échantillon doit être situé dans la zone de couplage inter-résonateur. De plus, l'échantillon liquide doit être en contact avec les bandes métalliques pour permettre la mesure de la conductivité à basse fréquence. Par conséquent, un porte-échantillon sans fond a été conçu en résine SLA en raison de sa faible permittivité (3.55) et de ses faibles pertes (0.01), afin de réduire son impact sur les mesures. Le porte-échantillon a été collé sur le circuit à l'aide d'une très fine couche de résine époxy de faible permittivité (3.55) et de faible tangente de perte (0.01).

Afin de voir l'influence du porte-échantillon sur le comportement fréquentiel du résonateur, deux positions sont considérées comme illustrées sur la Figure III.16. Le porte-échantillon a été placé au milieu du couplage, centré par rapport aux résonateurs. De cette façon, les champs électriques interagissent fortement avec le liquide.

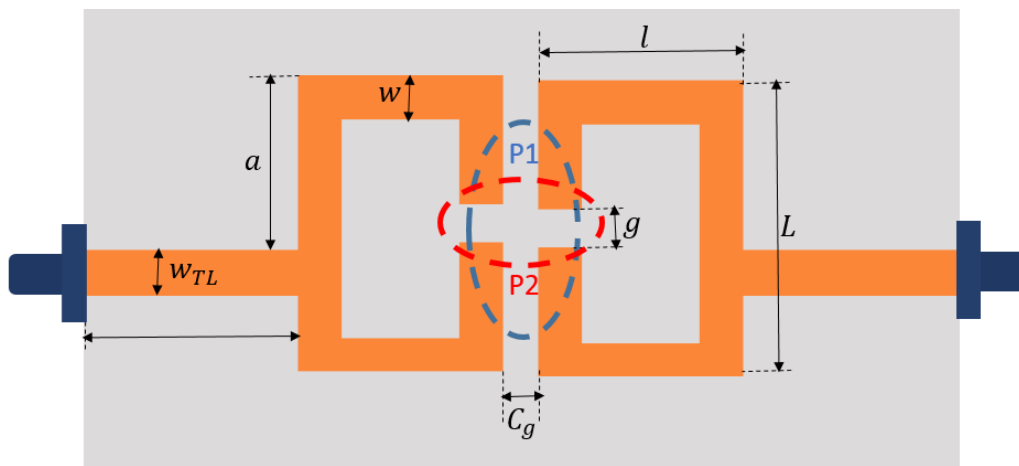


Figure III.16: Illustration des 2 positions du récipient d'échantillon

La Figure III.16 nous montre les deux positions possibles offrant potentiellement des bonnes sensibilités. Les résultats de simulation sont présentés dans la Figure III.17 et Figure III.18 pour la position P1 et P2.

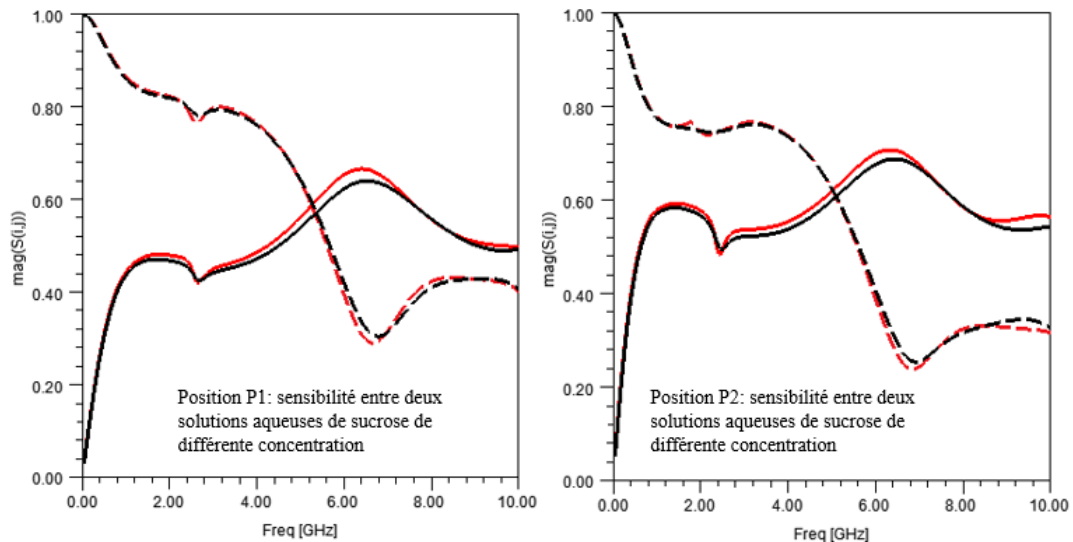


Figure III.17: influence de la position du porte-échantillon sur la réponse électromagnétique: solution aqueuse de sucrose de différente concentration (A1 et A2)

D'après la Figure III.17, des variations tant en basse fréquence qu'à la fréquence de résonance avec des solutions aqueuses de chlorure de sodium et de sucrose sont observées. On remarque des grosses variations en basse fréquence avec les solutions de chlorure de sodium de différentes concentrations comparées aux solutions de sucrose sur les deux positions du porte-échantillon. En haute fréquence, autour de la fréquence de résonance, des grandes variations sont plus visibles sur les solutions de sucrose comparées aux solutions de chlorure de sodium.

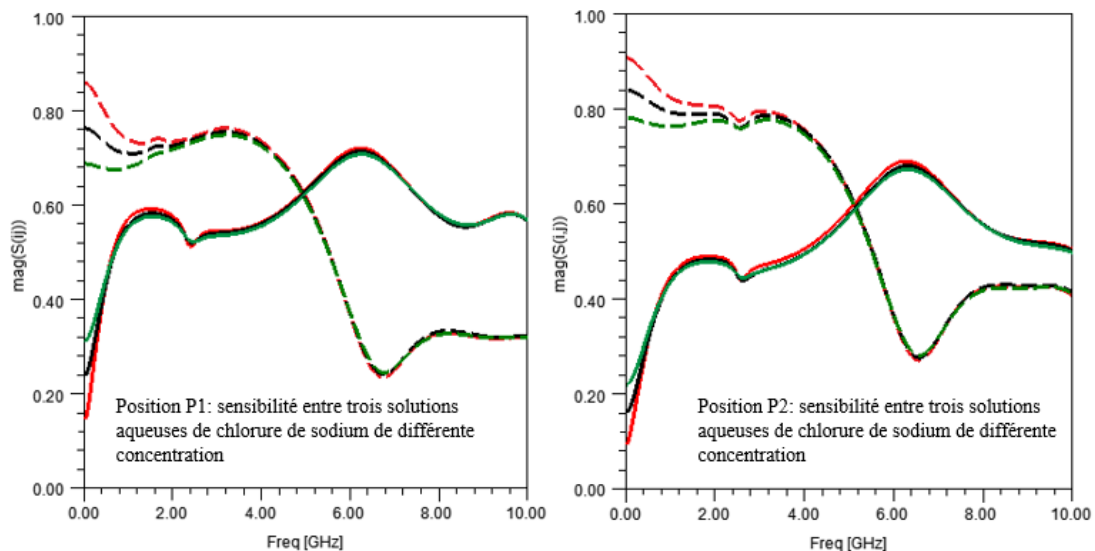


Figure III.18: influence de la position du porte-échantillon sur la réponse électromagnétique: solution aqueuse de chlorure de sodium de différente concentration (B0, C0 et D0)

De cette analyse la position P1 du porte-échantillon est préférable, car elle permet d'avoir une meilleure variation en haute fréquence avec les solutions de sucrose comparées aux solutions de chlorure de sodium. De plus, en basse fréquence nous remarquons avec des

solutions de chlorure de sodium de meilleures variations en raison du grand volume du liquide en contact avec le gap inter-résonateur.

### 4.3. Influence de la position du système d'excitation

Les résonateurs SRR peuvent être excités de plusieurs façons. L'alimentation utilisée ici est dite directe (voir Figure III.19), car le signal RF alimente directement la structure en utilisant une ligne microruban comme élément de connexion. La largeur de la ligne microruban d'alimentation doit être choisie de façon à assurer une bonne adaptation.

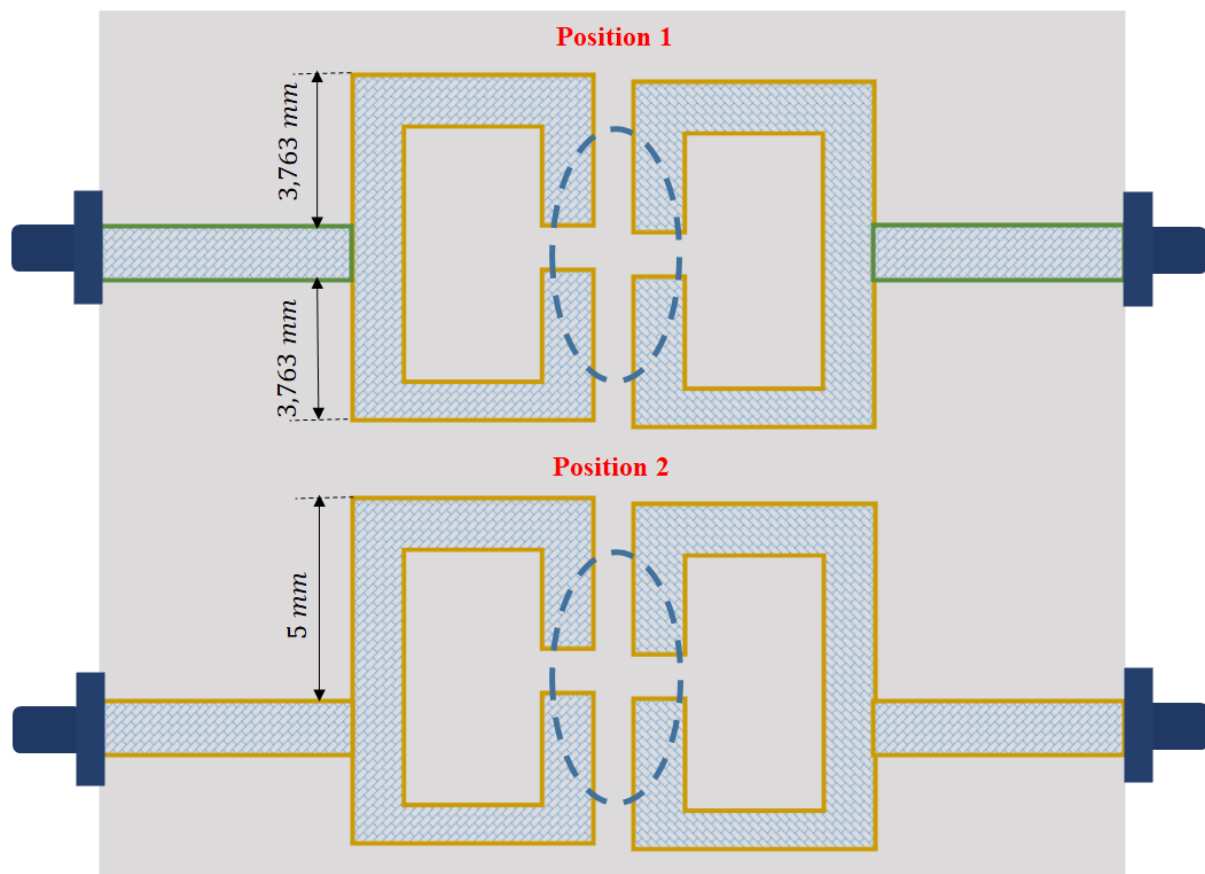


Figure III.19: Illustration du positionnement des lignes d'excitations

L'étude de la position de l'alimentation consiste à déplacer suivant un axe vertical d'une distance « d » la ligne microruban. Deux positions ont ainsi été étudiées. La Figure III.20 représente les coefficients de réflexion et de transmission pour les positions 1 et 2 (position centrée) du système d'excitation.

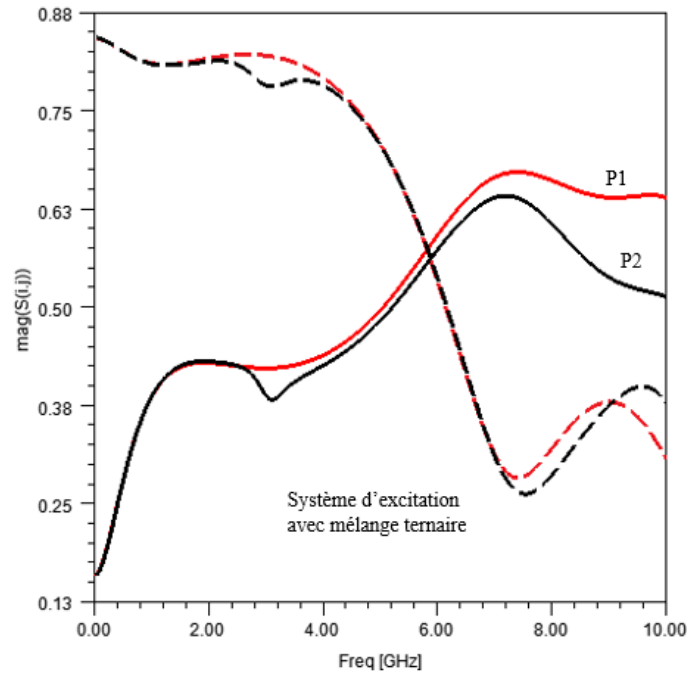


Figure III.20: Simulation de paramètres S du résonateur avec l'échantillon de mélange ternaire (D1) en fonction des positions du système d'excitation

La Figure III.20 montre clairement l'influence de la position des lignes d'excitation sur la réponse électrique du capteur. D'après la Figure III.20, nous pouvons conclure que le couplage du résonateur et de la ligne d'excitation influe évidemment sur la qualité de la résonance du capteur. Lorsque l'on déplace l'alimentation vers le centre du résonateur, les fréquences d'adaptation se déplacent vers les fréquences basses. L'adaptation du résonateur à la ligne d'alimentation de la position P1 présente une dégradation du paramètre S autour de la fréquence de résonance, impliquant ainsi une dégradation du facteur de qualité. La position 2 montre une meilleure adaptation, car le paramètre S est moins dégradé. La position retenue ( $d = 5$  mm) est celle qui permet d'obtenir une courbe de résonance de dynamique élevée et qui réduit le couplage des modes supérieurs.

Dans cette optique ayant déjà fixé la position optimale du porte-échantillon (P1), l'écart de couplage (1.2 mm) et le système d'excitation ( $d=5$ mm), l'influence des valeurs paramétriques du SSR sur la fréquence de résonance sont étudiées.

#### 4.4. Géométrie du SRR (Influence de la largeur des lignes ( $w$ ) et des fentes ( $g$ ))

La modification de la largeur des lignes et des fentes a un impact direct sur l'inductance et la capacité du système, qui influent sur les performances caractéristiques du capteur. La Figure III.21 présente la géométrie du SRR avec la largeur et la fente entre chaque SRR.

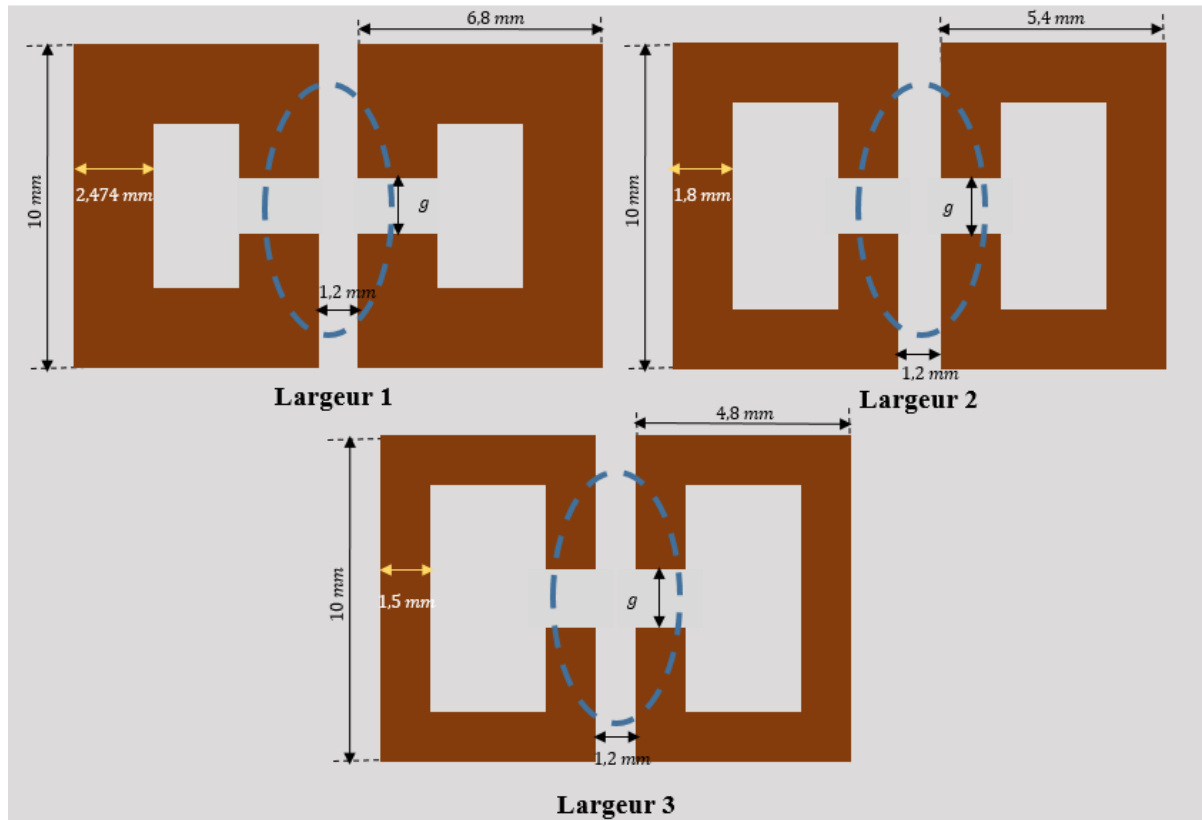


Figure III.21: Illustration de la géométrie du SRR et son influence sur  $w$  et  $g$

Afin de voir l'influence de la largeur des pistes sur le comportement fréquentiel du résonateur chargé du liquide à caractériser, deux valeurs sont prises autour de la valeur nominale utilisée précédemment. Ces deux valeurs sont 1.5 mm et 2.474 mm respectivement pour la position P1 du port échantillon et un écart de couplage entre résonateur de 1,2mm. En gardant les autres paramètres constants, nous n'avons modifié que la largeur de fente ( $w$ ) des SRR. La Figure III.22 représente les coefficients de réflexion et de transmission pour nos résultats.

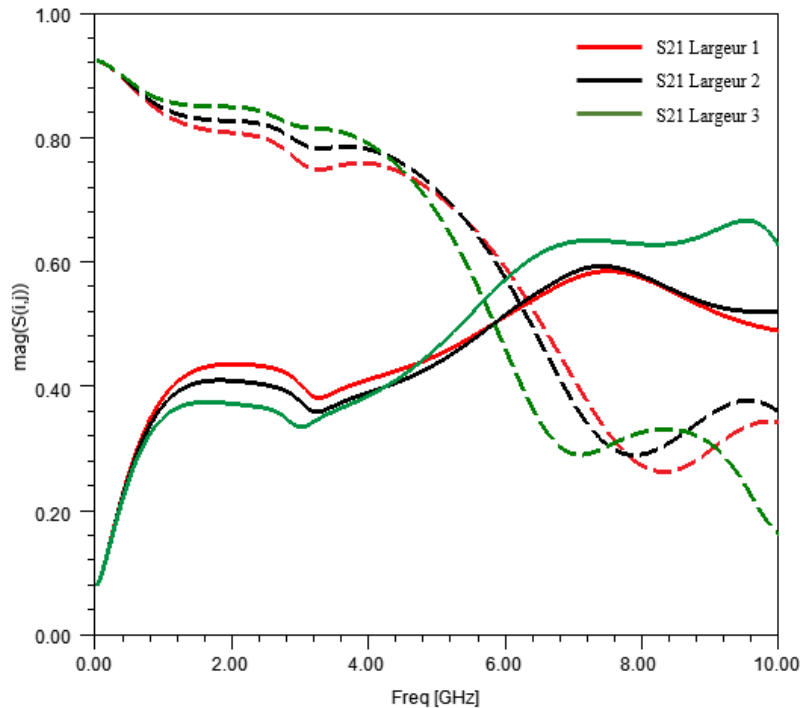


Figure III.22: Simulation des paramètres  $S$  du résonateur avec l'échantillon de mélange ternaire (C3) en fonction largeur  $w$ .

La Figure III.22 montre clairement l'influence de la largeur de la ligne sur la réponse du résonateur. En basse fréquence entre 0 et 1GHz aucune variation n'est observée avec le changement de largeur de la ligne. Par contre une variation de la bande passante et de l'adaptation en haute fréquence est observée au fur et à mesure que le résonateur s'élargit. La largeur du métal affecte toutes les capacités et inductances. Cette étude permet d'optimiser la largeur de la ligne nécessaire pour une meilleure sensibilité du capteur par rapport à l'échantillon. La largeur de la ligne choisie est 1.8mm (Largeur 2).

Nous avons aussi étudié l'effet de la largeur de fente ( $g$ ) sur la réponse de la structure. La Figure III.23 présente donc la variation de la fréquence de résonance, en fonction de la largeur des fentes pour un échantillon de solution aqueuse de sucrose et de chlorure de sodium pour trois largeurs d'écartement différentes entre 2.1mm et 1.8mm.

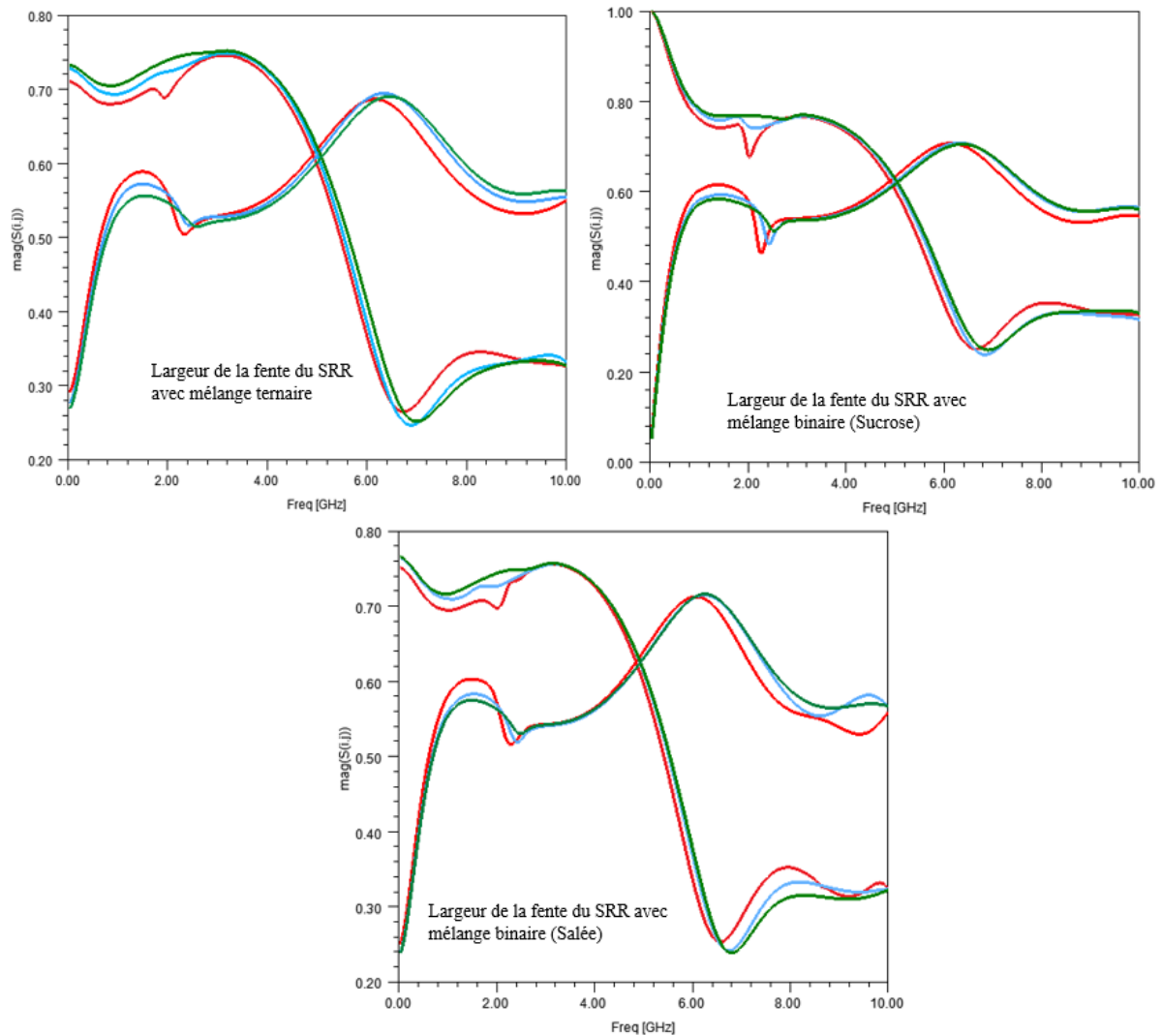


Figure III.23: Simulation des paramètres  $S$  du résonateur avec l'échantillon de mélange ternaire(D1) et mélanges binaires (A1 et C0) en fonction de la largeur des fentes  $g$ .

Cette figure montre que plus la largeur des fentes est grande, plus la capacité correspondante diminue, réduisant la capacité totale du système. De plus, l'inductance est également plus faible, car la quantité de métal diminue. La variation de la fente  $g$  influe sur la capacité et l'inductance équivalente. Elle influe légèrement sur les comportements aux basses fréquences, ainsi que sur la fréquence de résonance. Le choix se porte sur la valeur de  $g=2\text{mm}$  car celle-ci offre un meilleur compromis entre les échantillons de sucrose et de chlorure de sodium.

#### 4.5. Choix des différentes caractéristiques/ Dimensionnement final de notre capteur.

Ces études paramétriques nous ont permis d'appréhender le fonctionnement du résonateur, mais également de dimensionner un capteur résonant basé sur deux SRR fonctionnant en basse fréquence pour détecter les solutions ioniques et en haute fréquence pour suivre les concentrations de sucrose. Ainsi, en fixant les différents paramètres du résonateur, nous obtenons les dimensionnements illustrés sur la Figure III.24.

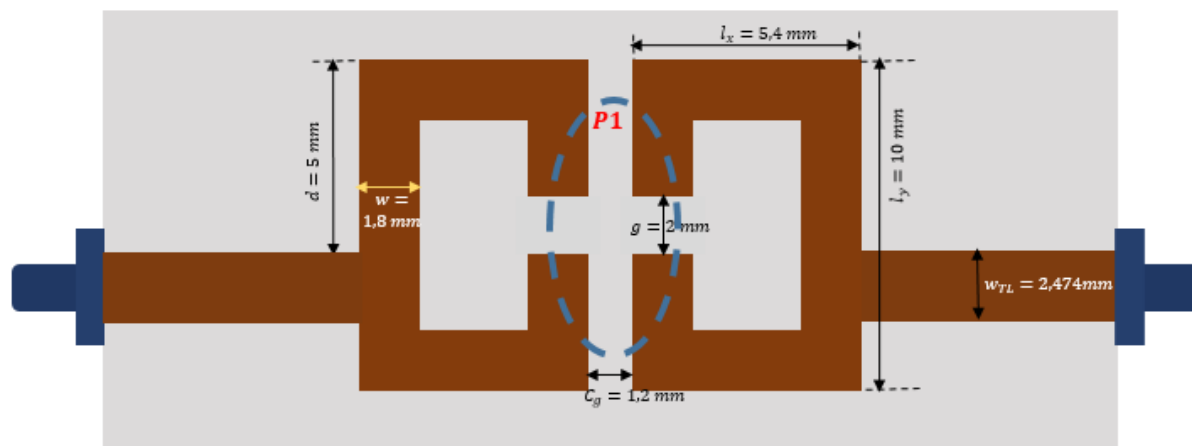


Figure III.24: Dimensionnement du capteur réalisé après optimisation.

### 5. Modélisation du capteur

Pour déterminer la capacité de détection du capteur proposé, des simulations EM du capteur ont été exécutées avec le logiciel HFSS en considérant différents échantillons représentant des mélanges ternaires. Ces derniers ont été modélisés grâce au modèle Cole-Cole avec les paramètres fournis dans le chapitre II (Tableau II.3). Des simulations large bande ont été réalisées mais deux gammes de fréquences ont été particulièrement mises en avant : la première se situant aux basses fréquences (entre 10 MHz et 2 GHz) pour suivre les effets de conduction tandis que la seconde se situe aux fréquences plus élevées (autour des 7 GHz), suivant les explications données au chapitre II. La seconde a été choisie de manière à s'affranchir de tout effet de l'aspect ionique sur les comportements dipolaires et en considérant les éléments proposés dans la section 1.2 du présent chapitre. La Figure III.25 montre les réponses en fréquence obtenues par simulation du capteur pour différents échantillons modélisés.



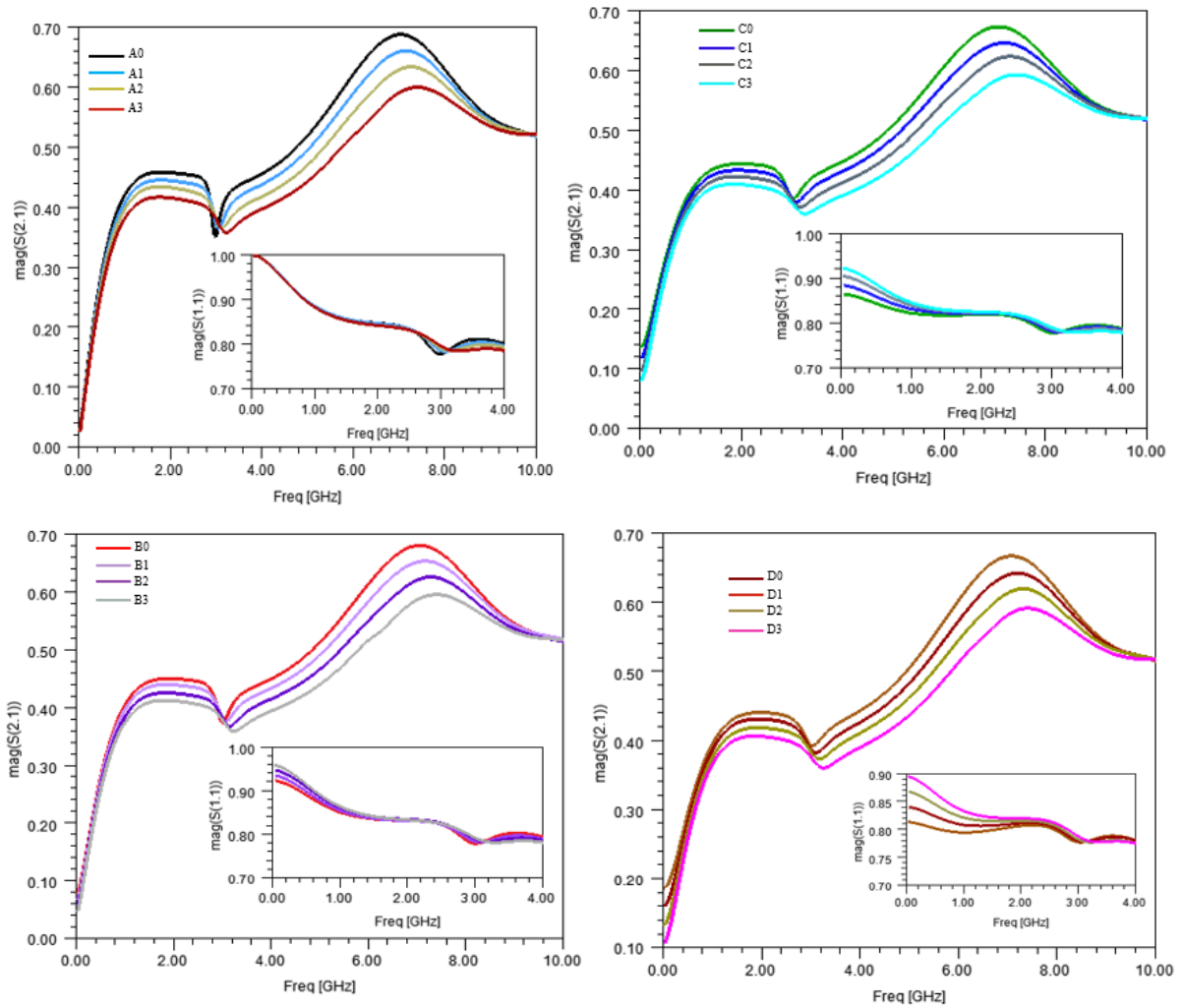


Figure III.25: Changement de la fréquence de résonance correspondant aux différents échantillons.

L'observation des graphes (Ai à Di) en basse fréquence montrent une évolution croissante du comportement ionique essentiellement lié à l'augmentation de la concentration en chlorure de sodium. D'autre part on constate une évolution autour de la fréquence de résonance (autour de 7 GHz), qui est due à la variation de la concentration de sucrose. Lorsque la concentration du sucrose augmente, la viscosité du liquide augmente, puis les fréquences de résonance se déplacent vers les hautes fréquences avec une diminution de l'amplitude  $S_{21}$ .

## 5.1. Etude paramétrique du capteur

### 5.1.1. Loi de variation en basse fréquence

Pour évaluer les performances du capteur (sensibilité) à partir de ces simulations EM, il faut d'abord identifier quels sont les indicateurs pertinents. Plusieurs grandeurs de détection telles que le changement de la fréquence de résonance, les pertes d'insertion ou le coefficient

de réflexion peuvent être retenus, et il s'agit de choisir et d'identifier quel est le meilleur indicateur.

Le traitement des niveaux bruts du paramètre S transmis ( $|S_{21}|$ ), ou du paramètre S réfléchi ( $|S_{11}|$ ) en basses fréquences permettent d'estimer la sensibilité du capteur en basse fréquence. Après analyse de ces deux indicateurs, le coefficient de réflexion est préféré à celui de transmission à raison de son niveau plus élevé, donc plus facile à mesurer. Le Tableau III.3 résume les valeurs du coefficient de réflexion en basse fréquence pour les simulations effectuées avec chaque échantillon modélisé avec les paramètres fournis du chapitre II.

Tableau III.3: Paramètres de détection pour chaque échantillon modélisé, extraits des simulations EM

<b>Modelled Sample</b>	<b>Simulated <math> S_{11}(100\text{ MHz}) </math></b>
<b>A0</b>	0.998
<b>B0</b>	0.921
<b>C0</b>	0.864
<b>D0</b>	0.812
<b>A1</b>	0.996
<b>B1</b>	0.934
<b>C1</b>	0.885
<b>D1</b>	0.837
<b>A2</b>	0.997
<b>B2</b>	0.947
<b>C2</b>	0.903
<b>D2</b>	0.866
<b>A3</b>	0.997
<b>B3</b>	0.960
<b>C3</b>	0.921
<b>D3</b>	0.888

Il convient de noter qu'un modèle numérique qui repose sur la relation entre les indicateurs de sensibilité du capteur ( $S_{11}$ ) en fonction de la concentration en chlorure de sodium et de sucrose est nécessaire.

L'objectif dans un premier temps est d'obtenir l'expression de  $S_{11}$  en fonction de la concentration en sucrose et chlorure de sodium. Cette expression peut être obtenue par extrapolation polynomiale (curve fitting) des données présentées dans le Tableau III.3. Plusieurs possibilités (ordres des polynômes) modélisant le coefficient de réflexion ( $S_{11}$ ) en fonction des concentrations sont envisagées. Après analyse, il s'est avéré que l'ordre le plus pertinent est l'ordre 2. A partir du Tableau III.3, la valeur du  $S_{11}$  obtenue en simulation pour chaque échantillon à 100 MHz a été soustraite de celle de l'eau et tracée en fonction de la concentration en chlorure de sodium. Le tracé résultant est présenté à la Figure III.26 où la concentration en chlorure de sodium est donnée en abscisse et exprimée en mol/L. Plusieurs

groupes de points sont tracés, qui représentent différentes concentrations de sucrose, avec X0, X1, X2, X3 représentant des concentrations de sucrose de 0, 0.292, 0.584 et 0.877 mol/L, respectivement.

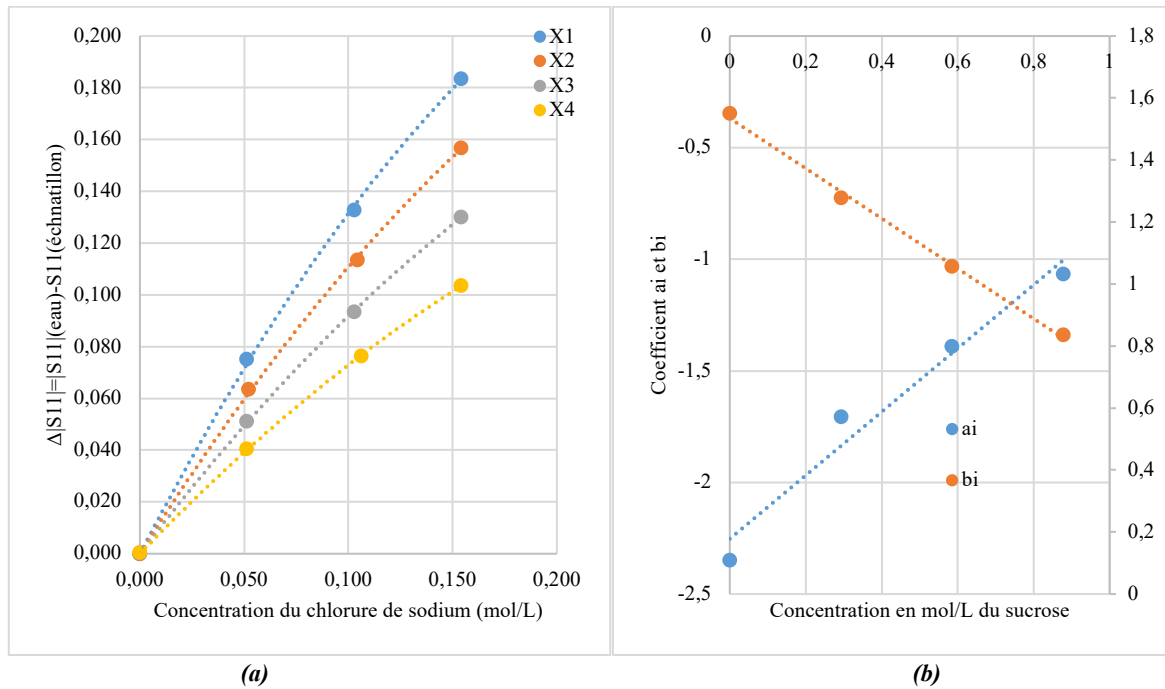


Figure III.26: (a) Ecarts du coefficient de réflexion ( $|S_{11}|$ ) par rapport à l'eau désionisée (liquide référence), en fonction de la concentration en chlorure de sodium et pour différentes concentrations de sucrose, (b) Variations de la sensibilité de  $|S_{11}|$  en fonction de la concentration en sucrose

Le résultat illustré à la Figure III.26 montre une bonne adéquation avec des approximations polynomiales d'ordre 2 ( $R^2$  meilleur que 0.9997) en fonction de la concentration en chlorure de sodium (pour une concentration de sucrose fixée). Les coefficients de cette équation polynomiale représentent la sensibilité du  $S_{11}$  en fonction du sucrose (Figure III.26 b). Ces coefficients  $a_i$  et  $b_i$  s'expriment selon une équation d'ordre 1, avec un coefficient de détermination de 0.9661. Ces droites montrent l'impact de la concentration de sucrose sur la sensibilité de  $S_{11}$ , qui pourrait également être considéré comme une sensibilité croisée de la concentration de sucrose sur la sensibilité de la concentration de chlorure de sodium du capteur.

Finalement, l'équation résultant est la suivante :

$$|S_{11}(100 \text{ MHz})| = |S_{11}(100 \text{ MHz})|_{\text{Eau}} - [a_i C_{\text{NaCl}}^2 + b_i C_{\text{NaCl}}] \quad (III.5)$$

avec  $a_i = 1.42 \times C_{C_{12}H_{22}O_{11}} - 2.25$ ,  $b_i = -8.08 \times 10^{-1} \times C_{C_{12}H_{22}O_{11}} + 1.5345$

où la concentration en chlorure de sodium ( $C_{\text{NaCl}}$ ) et en sucrose ( $C_{C_{12}H_{22}O_{11}}$ ) sont exprimées en mol/L.

L'expression de l'équation (III.5) sera donc utilisée ultérieurement pour la détermination des couples de concentration à partir des paramètres S du capteur simulé.

### 5.1.2. Lois des variations autour de la fréquence de résonance

Cette partie comportement du capteur autour de sa fréquence de résonance RF. Comme détaillé dans [26,27], plusieurs indicateurs pourraient être choisis comme paramètres de détection, comme par exemple, l'amplitude du paramètre S de transmission ( $S_{21}$ ) ou le coefficient de couplage K. Le capteur étant composé de deux résonateurs couplés, sa réponse électrique est semblable à un filtre du second ordre. Suivant les choix de conception, le couplage entre les deux résonateurs est fort, empêchant la distinction des deux pics dans le paramètre S en transmission. Comme l'échantillon affecte non seulement le couplage mutuel (voir Figure III.7) et par conséquent la bande passante et les pertes d'insertion du filtre du second ordre, mais aussi la fréquence de résonance intrinsèque et le facteur Q de chaque résonateur par l'intermédiaire de  $C_s$  et  $G_s$  nous avons choisi de définir un paramètre de détection, comme un facteur ( $Q_v$ ) à vide, mais pour un filtre du second ordre.

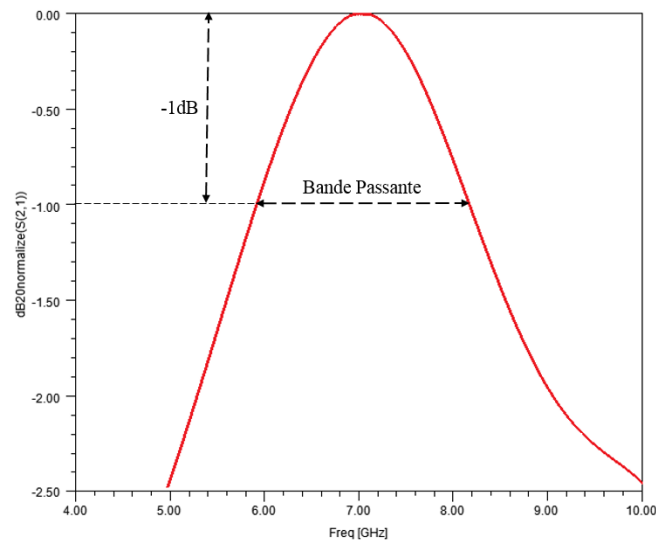


Figure III.27: Illustration du calcul de ratio de détection (SR)

La définition de ce paramètre de détection sans dimension appelé Ratio de détection (Sensing Ratio SR) est donnée ci-après :

$$SR = \frac{\left(\frac{f_c}{BW}\right)}{(1 - |S_{21}(f_c)|)} \quad (III.6)$$

où BW est la largeur de bande calculée à partir d'une chute de 1 dB du maximum de  $S_{21}$  (au lieu de la chute de 3 dB couramment utilisée). En effet, sur l'ensemble des simulations réalisées, il n'est pas toujours possible d'extraire une largeur de bande à -3dB,  $f_c$  est la

fréquence centrale et  $|S_{21}(f_c)|$  est l'amplitude (en valeur naturelle) du paramètre S de transmission à la fréquence centrale. Le Tableau III.4 ci-dessous illustre les paramètres de performance du capteur en haute fréquence (autour de la fréquence de résonance RF).

Tableau III.4: Paramètres de détection pour chaque échantillon modélisé, extraits des simulations EM

<b>Modelled Sample</b>	<b>Simulated <math>F_c</math></b>	<b>Simulated <math> S_{21} </math> HF</b>	<b>Simulated <math>SR</math></b>
<b>A0</b>	7.036	0.6855	9.818
<b>B0</b>	7.057	0.6786	9.517
<b>C0</b>	7.079	0.6714	9.255
<b>D0</b>	7.079	0.6656	8.986
<b>A1</b>	7.146	0.6566	8.781
<b>B1</b>	7.168	0.6508	8.531
<b>C1</b>	7.191	0.6436	8.302
<b>D1</b>	7.191	0.6399	8.118
<b>A2</b>	7.257	0.6253	7.703
<b>B2</b>	7.279	0.6214	7.530
<b>C2</b>	7.301	0.6191	7.334
<b>D2</b>	7.301	0.6157	7.176
<b>A3</b>	7.389	0.5942	6.508
<b>B3</b>	7.389	0.5917	6.395
<b>C3</b>	7.412	0.5895	6.311
<b>D3</b>	7.412	0.5878	6.247

A partir du tableau, les valeurs de  $f_c$ , et  $|S_{21}|$  sont extraites des différentes réponses obtenues par simulation et sont rassemblées dans le Tableau III.4. Dans ce même tableau, la valeur calculée de  $SR$  est affichée.

L'étape suivante concerne l'obtention de l'équation liant  $SR$  et les concentrations de chlorure de sodium et de sucre.

Les valeurs simulées du  $SR$  pour chaque échantillon sont soustraites de celles de l'eau et tracées en fonction de la concentration en chlorure de sodium. L'expression de la dépendance du  $SR$  par rapport à la concentration en sucre et chlorure de sodium peut être obtenue en utilisant le même principe d'ajustement de courbe (curve fitting) pour les données présentées dans le Tableau III.4.

Le tracé résultant peut être vu dans la Figure III.28(a), où la concentration en chlorure de sodium est donnée en abscisse et exprimée en mol/L. Dans cette figure, AY, BY, CY, DY représentent des concentrations de chlorure de sodium de 0, 0.51, 0.103 et 0.154 mol/L, respectivement (et diverses concentrations de sucre).

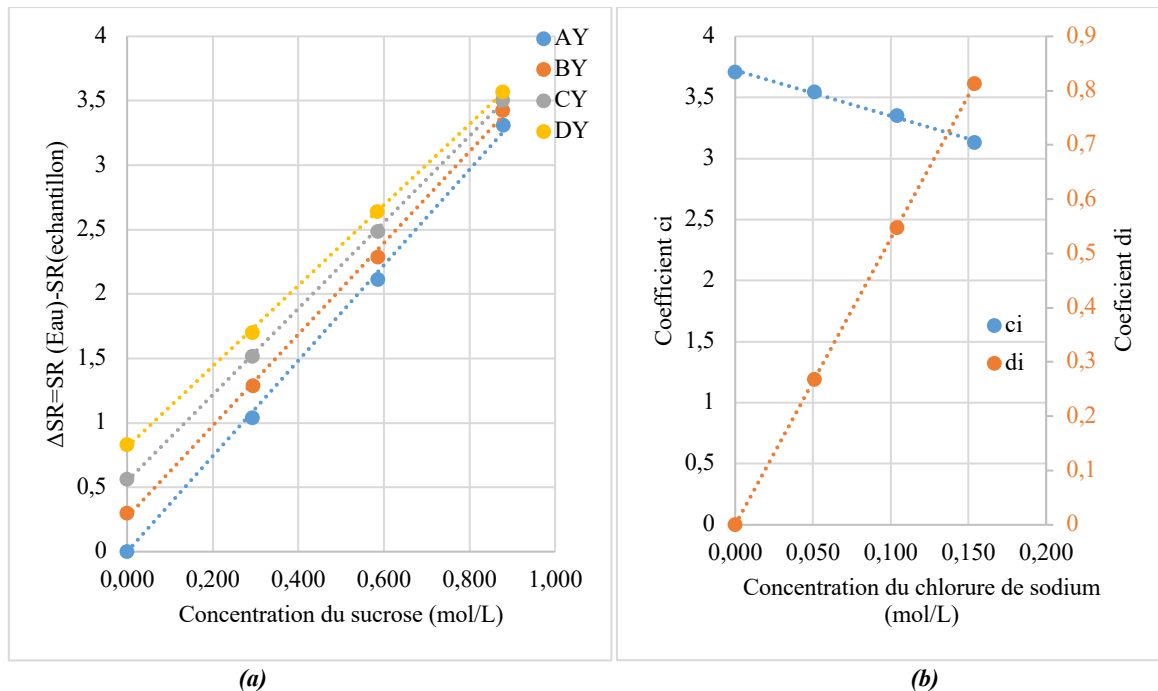


Figure III.28: (a) Evolution du ratio de détection ( $SR$ ) par rapport à l'eau désionisée (liquide référence), obtenu à différentes concentrations de sucrose et de chlorure de sodium, (b) Variations de la sensibilité du  $SR$  en fonction de la concentration du chlorure de sodium

La Figure III.28(a) montre des approximations du premier ordre extrapolées à partir des points tracés, ce qui donne une bonne variation linéaire des  $SR$  pour les différents échantillons. Les valeurs du coefficient de détermination meilleures que 0,9987 démontrent qu'une approximation par un polynôme de premier ordre est satisfaisante. Les pentes de chaque ligne représentent la sensibilité simulée du  $SR$  du capteur conçu aux variations de concentration en sucrose. La Figure III.28(b) illustre la courbe d'étalonnage tracée à partir des données de la Figure III.28(a) en fonction des concentrations en chlorure de sodium. Il s'agit de nouveau d'une approximation par une droite, avec un coefficient de détermination de 0,995. Ainsi, il est possible d'exprimer le  $SR$  en fonction des concentrations en sucrose et en chlorure de sodium:

$$SR_{\text{échantillon}} = SR_{\text{Eau}} - (ci \times C_{C_{12}H_{22}O_{11}} + di)$$

$$SR_{\text{échantillon}} = SR_{\text{Eau}} - (-3.74 \times C_{NaCl} \times C_{C_{12}H_{22}O_{11}} + 3.73 \times C_{C_{12}H_{22}O_{11}} + 5.27 \times C_{NaCl}) \quad (III.7)$$

avec la concentration de chlorure de sodium ( $C_{NaCl}$ ) et la concentration de sucrose ( $C_{C_{12}H_{22}O_{11}}$ ) exprimées en mol/L.

Il est évident de savoir que l'effet de la concentration de l'échantillon du mélange ternaire sur la réponse du capteur est observé dans l'idiome du coefficient de réflexion et du ratio de

détection ( $SR$ ) du capteur suggéré comme discuté précédemment. Comme il existe une relation polynomiale, le capteur peut être étalonné à l'aide des mesures, et les valeurs de concentrations (chlorure de sodium et sucre) de matériaux inconnus peuvent être calculées à l'aide de la relation présentée dans (III.5) et (III.7).

## Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté la conception d'un capteur électromagnétique basé sur deux résonateurs en boucle ouverte, utilisé pour le suivi simultané des concentrations en sucre et en chlorure de sodium dans une solution aqueuse. Des analyses paramétriques ont été réalisées à l'aide du logiciel ANSYS HFSS®, afin d'obtenir un dispositif optimisé. Les principaux paramètres optimisés sont l'écart de couplage entre résonateurs, le porte-échantillon la largeur des lignes, la largeur de fente de chaque SRR. Le capteur a ensuite été simulé en intégrant les modèles des mélanges ternaires tels qu'ils ont été présentés au chapitre II.

D'après les résultats de simulation, le SRR proposé est très sensible à la concentration des solutés, notamment pour ce qui concerne la variation en basse fréquence sur le paramètre  $S_{11}$ . Pour le comportement autour de la résonance, nous avons utilisé une métrique appelée ratio de détection ( $SR$ ).

Ensuite, les lois de variation de ces paramètres ( $S_{11}$ ,  $SR$ ) ont été extraites à partir des résultats de simulation pour le capteur chargé par des modèles représentant des solutions de diverses concentrations en chlorure de sodium et en sucre.

Le chapitre suivant présentera l'extraction des concentrations réelles obtenues à partir des mesures en se basant sur la résolution du problème inverse des équations présentées ci-dessus.

## Références bibliographiques du chapitre III

1. Ogunlade, O.; Pollard, R.D.; Hunter, I.C. A New Method of Obtaining the Permittivity of Liquids Using In-Waveguide Technique. *IEEE Microwave and Wireless Components Letters* **2006**, *16*, 363–365, doi:10.1109/LMWC.2006.875594.
2. Afsar, M.N.; Suwanvisan, N.; Wang, Y. Permittivity Measurement of Low and High Loss Liquids in the Frequency Range of 8 to 40 GHz Using Waveguide Transmission Line Technique. *Microwave and Optical Technology Letters* **2006**, *48*, 275–281, doi:10.1002/mop.21326.
3. Grenier, K.; Dubuc, D.; Poleni, P.; Kumemura, M.; Toshiyoshi, H.; Fujii, T.; Fujita, H. Integrated Broadband Microwave and Microfluidic Sensor Dedicated to Bioengineering. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques* **2009**, *57*, 3246–3253, doi:10.1109/TMTT.2009.2034226.
4. Pozar, D.M. *Microwave Engineering, 4th Edition* | Wiley; 4 th.; John Wiley & Sons, Inc., 2012;
5. Choi, H.; Naylor, J.; Luzio, S.; Beutler, J.; Birchall, J.; Martin, C.; Porch, A. Design and In Vitro Interference Test of Microwave Noninvasive Blood Glucose Monitoring Sensor. *IEEE Trans. Microwave Theory Techn.* **2015**, *63*, 3016–3025, doi:10.1109/TMTT.2015.2472019.
6. Vélez, P.; Su, L.; Grenier, K.; Mata-Contreras, J.; Dubuc, D.; Martín, F. Microwave Microfluidic Sensor Based on a Microstrip Splitter/Combiner Configuration and Split Ring Resonators (SRRs) for Dielectric Characterization of Liquids. *IEEE Sensors Journal* **2017**, *17*, 6589–6598, doi:10.1109/JSEN.2017.2747764.
7. Boybay, M.S.; Ramahi, O.M. Material Characterization Using Complementary Split-Ring Resonators. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement* **2012**, *61*, 3039–3046, doi:10.1109/TIM.2012.2203450.
8. Aydin, K.; Bulu, I.; Guven, K.; Kafesaki, M.; Soukoulis, C.M.; Ozbay, E. Investigation of Magnetic Resonances for Different Split-Ring Resonator Parameters and Designs. *New J. Phys.* **2005**, *7*, 168–168, doi:10.1088/1367-2630/7/1/168.
9. Baena, J.D.; Bonache, J.; Martin, F.; Sillero, R.M.; Falcone, F.; Lopetegi, T.; Laso, M.A.G.; Garcia-Garcia, J.; Gil, I.; Portillo, M.F.; et al. Equivalent-Circuit Models for Split-Ring Resonators and Complementary Split-Ring Resonators Coupled to Planar Transmission Lines. *IEEE Trans. Microwave Theory Techn.* **2005**, *53*, 1451–1461, doi:10.1109/TMTT.2005.845211.
10. Alici, K.B.; Özbay, E. Radiation Properties of a Split Ring Resonator and Monopole Composite. *physica status solidi (b)* **2007**, *244*, 1192–1196, doi:10.1002/pssb.200674505.
11. Hong, J.-S.; Lancaster, M.J. Rings of Microstrip Square. *IEEE TRANSACTIONS ON MICROWAVE THEORY AND TECHNIQUES* **1996**, *44*, 11.
12. Linden, S.; Enkrich, C.; Dolling, G.; Klein, M.W.; Zhou, J.; Koschny, T.; Soukoulis, C.M.; Burger, S.; Schmidt, F.; Wegener, M. Photonic Metamaterials: Magnetism at Optical Frequencies. *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics* **2006**, *12*, 1097–1105, doi:10.1109/JSTQE.2006.880600.
13. Lee, H.-J.; Lee, J.-H.; Jung, H.-I. A Symmetric Metamaterial Element-Based RF Biosensor for Rapid and Label-Free Detection. *Appl. Phys. Lett.* **2011**, *99*, 163703, doi:10.1063/1.3653959.
14. Bonache, J.; Gil, M.; Gil, I.; Garcia-Garcia, J.; Martin, F. On the Electrical Characteristics of Complementary Metamaterial Resonators. *IEEE Microwave and Wireless Components Letters* **2006**, *16*, 543–545, doi:10.1109/LMWC.2006.882400.



15. Lee, H.-J.; Hyun, K.-A.; Jung, H.-I. A High-Q Resonator Using Biocompatible Materials at Microwave Frequencies. *Appl. Phys. Lett.* **2014**, *104*, 023509, doi:10.1063/1.4862029.
16. Shinde, A.P.; Ukey, P. Basic Unit of a Metamaterial - Split Ring Resonator : A Brief Review. **2017**, *8*, 3.
17. Selvaraju, R.; Jamaluddin, M.H.; Kamarudin, M.R.; Nasir, J.; Dahri, M.H. COMPLEMENTARY SPLIT RING RESONATOR FOR ISOLATION ENHANCEMENT IN 5G COMMUNICATION ANTENNA ARRAY. *PIER C* **2018**, *83*, 217–228, doi:10.2528/PIERC18011019.
18. Saha, C.; Siddiqui, J.Y.; Antar, Y.M.M. Square Split Ring Resonator Backed Coplanar Waveguide for Filter Applications. In Proceedings of the 2011 XXXth URSI General Assembly and Scientific Symposium; IEEE: Istanbul, August 2011; pp. 1–4.
19. Vallecchi, A.; Shamonina, E.; Stevens, C.J. Analytical Model of the Fundamental Mode of 3D Square Split Ring Resonators. *Journal of Applied Physics* **2019**, *125*, 014901, doi:10.1063/1.5053482.
20. Shatz, L.F.; Christensen, C.W. Numerical Inductance Calculations Based on First Principles. *PLoS ONE* **2014**, *9*, e111643, doi:10.1371/journal.pone.0111643.
21. Juan, C.G.; Bronchalo, E.; Potelon, B.; Quendo, C.; Avila-Navarro, E.; Sabater-Navarro, J.M. Concentration Measurement of Microliter-Volume Water–Glucose Solutions Using Q Factor of Microwave Sensors. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **2019**, *68*, 2621–2634, doi:10.1109/TIM.2018.2866743.
22. Al-behadili, A.A.; Petrescu, T.; Andreea Mocanu, I. Complimentary Split Ring Resonator Sensor with High Sensitivity Based on Material Characterization. *TELKOMNIKA* **2020**, *18*, 272, doi:10.12928/telkomnika.v18i1.13255.
23. Hong, J.-S.; Lancaster, M.J. Aperture-Coupled Microstrip Open-Loop Resonators and Their Applications to the Design of Novel Microstrip Bandpass Filters. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques* **1999**, *47*, 1848–1855, doi:10.1109/22.788522.
24. Ansari, M.A.H.; Jha, A.K.; Akhtar, M.J. Permittivity Measurement of Common Solvents Using the CSRR Based Sensor. In Proceedings of the 2015 IEEE International Symposium on Antennas and Propagation USNC/URSI National Radio Science Meeting; July 2015; pp. 1199–1200.
25. Durán-Sindreu, M.; Naqui, J.; Bonache, J.; Martín, F. Split Rings for Metamaterial and Microwave Circuit Design: A Review of Recent Developments (Invited Paper). *International Journal of RF and Microwave Computer-Aided Engineering* **2012**, *22*, 439–458, doi:10.1002/mmce.20635.
26. Juan, C.G.; Potelon, B.; Quendo, C.; Bronchalo, E.; Sabater-Navarro, J.M. Highly-Sensitive Glucose Concentration Sensor Exploiting Inter-Resonators Couplings. In Proceedings of the 2019 49th European Microwave Conference (EuMC); October 2019; pp. 662–665.
27. Juan, C.G.; Potelon, B.; Quendo, C.; Bronchalo, E. Microwave Planar Resonant Solutions for Glucose Concentration Sensing: A Systematic Review. *Applied Sciences* **2021**, *11*, 7018, doi:10.3390/app11157018.

## **CHAPITRE IV**

### **EVALUATION EXPERIMENTALE DU CAPTEUR**

Nous présentons dans ce chapitre le volet évaluation expérimentale de cette étude en présentant les résultats des mesures du prototype avec les échantillons de mélange ternaire et de lactate de sodium. Les mesures ont été effectuées par un analyseur de réseau vectoriel (VNA) avec le capteur fabriqué. La réponse du capteur a été enregistrée et les données obtenues ont été utilisées pour extraire des modèles mathématiques en fonction des grandeurs caractéristiques pour déterminer la concentration du chlorure de sodium et du sucrose en solution aqueuse. Une étude en température est effectuée avec l'échantillon de lactate de sodium en solution aqueuse. Ensuite un modèle mathématique est dérivé de l'étude en température qui permettra de déterminer la concentration du soluté en solution ainsi que la température expérimentale.



## Sommaire

<b>Chapitre IV : Evaluation expérimentale du Capteur</b> .....	153
Introduction.....	153
1. Fabrication du capteur .....	154
2. Etude des mélanges ternaires.....	155
2.1. Protocole expérimental et Résultats expérimentaux (mélange ternaire).....	155
2.2. Extraction des concentrations des mélanges ternaires. ....	157
2.2.1. Evaluation des erreurs.....	158
2.2.2. Système d'équation et utilisation du modèle dérivée du capteur.....	159
3. Etude du Lactate de sodium.....	162
3.1. Préparation des échantillons.....	163
3.2. Présentation du Protocole de mesure .....	164
3.3. Mesures expérimentales .....	165
3.3.1. Influence de la concentration de lactate de sodium en température constante....	165
3.3.2. Influence de la température .....	167
3.4. Modélisation paramétrique.....	170
3.4.1. Etude paramétrique.....	170
3.4.2. Détermination de la température et concentration du lactate de sodium.....	172
Conclusion .....	174



---

## **Chapitre IV : Evaluation expérimentale du Capteur**

### **Introduction**

---

Un capteur basé sur deux résonateurs couplés a été conçu avec comme objectif la mesure simultanées des concentrations en chlorure de sodium et en sucrose d'une solution aqueuse. Nous avons ainsi démontré que le dispositif conçu est sensible à la présence de chlorure de sodium et de sucrose en solution aqueuse dans des conditions simples et calibrées. Les résultats présentés dans le chapitre III ont montrés des erreurs acceptables sur les modèles prédictifs dérivés des grandeurs caractéristiques du capteur obtenues en simulation. L'objet de ce chapitre est de présenter les résultats de mesure de ce capteur. Ce chapitre s'articule autour de trois grandes parties.

Dans un premier temps, nous allons présenter quelques éléments relatifs à la fabrication du capteur, à la mesure et détailler les réponses mesurées pour différentes solution aqueuses avec des concentrations en chlorure de sodium et en sucrose variées. La résolution du problème inverse, c'est-à-dire l'extraction des concentrations à partir des paramètres électriques mesurés est ensuite présentée. Les concentrations extraites seront ensuite comparées à celles attendues (réelles), puis des pistes d'amélioration de la précision seront investiguées.

Ensuite, ce même capteur a été mesuré avec des solutions aqueuses de lactate à différentes concentrations et les résultats de mesure à températures ambiante sont présentés

La dernière partie sera consacrée aux mesures en température du capteur chargé par l'échantillon de lactate présenté au chapitre II. Un protocole expérimental de mesure est mis sur pied. Nous observerons la variation des paramètres S du capteur à vide et chargé afin d'en déduire un modèle numérique en fonction de la concentration et de la température. Les concentrations et températures déduites à partir du modèle numérique seront également présentées et discutées.

## 1. Fabrication du capteur

Un prototype du capteur dont la conception a été détaillée au chapitre précédent a été fabriqué (Figure IV.1). Pour ce faire, une machine-outil à commande numérique LPKF a été utilisée pour usiner les circuits imprimés. Le capteur est construit sur un substrat diélectrique commercial RT Duroid 5880, qui a les caractéristiques décrites dans le chapitre précédent.

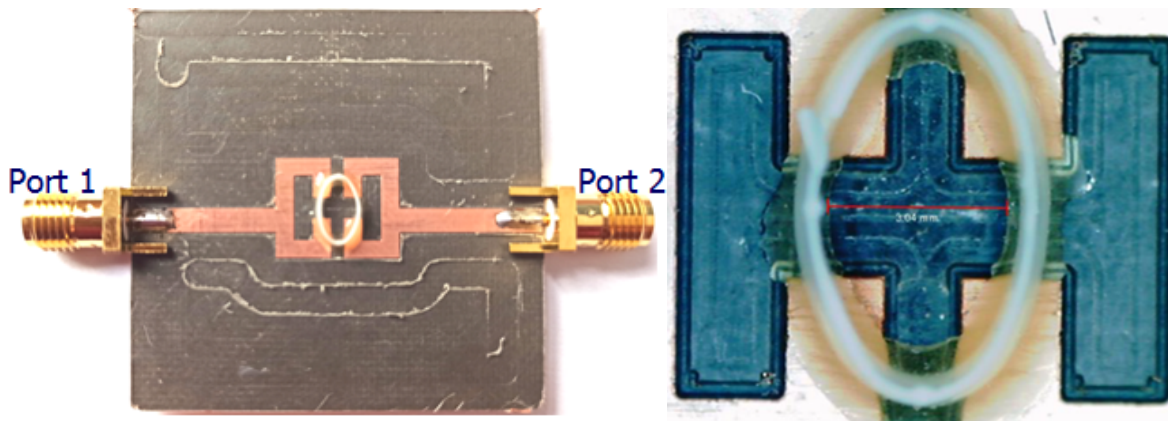


Figure IV.1: Capteur fabriqué(a) et Vue au microscope des valeurs dimensionnelles du capteur(b)

Le porte-échantillon a été fabriqué en résine white V4 (FormLabs) grâce à un procédé de type fabrication additive SLA. Ce matériau a été sélectionné en raison de sa faible permittivité et de ses faibles pertes, afin de réduire son impact sur les mesures. Une image de sa conception en vue de dessus est visible sur la Figure IV.2, avec une hauteur totale de 1,65 mm. Le porte-échantillon a été collé sur l'ouverture du résonateur correspondant à l'aide d'une très fine couche de colle époxy bi-composant du fournisseur Loctite.

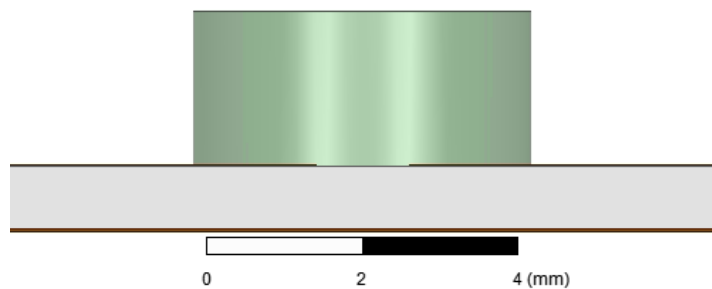


Figure IV.2: Vue de face port échantillon

Le porte-échantillon est un élément clé du capteur et, par conséquent, ses propriétés physiques et géométriques ont une influence importante sur sa sensibilité, comme cela a été démontré au chapitre III. Ainsi, le positionnement et le collage du porte échantillon est crucial. Cette étape est réalisable à la main, en veillant au respect du bon positionnement d'une part et d'autre part au fait de ne pas recouvrir intégralement les pistes métalliques (pour

les mesures liées à la conductivité en BF). Le montage complet du capteur est présenté à la Figure IV.1. Une fois le capteur réalisé, nous avons procédé à la mesure.

## 2. Etude des mélanges ternaires

### 2.1. Protocole expérimental et Résultats expérimentaux (mélange ternaire)

La Figure IV.3 illustre la configuration de mesure. Avant de commencer les mesures, il est nécessaire de calibrer l'analyseur de réseau (Rhode & Schwarz® ZVA 67) correctement pour la gamme de fréquences d'intérêt (0.01 à 15 GHz), nous avons choisi 1600 points de mesure sur cet intervalle fréquentiel. Par conséquent, la résolution spectrale est de 9.37 MHz. Afin d'effectuer les mesures, deux câbles coaxiaux sont connectés au capteur. Dans le but d'assurer la répétabilité les paramètres S du capteur avec le porte-échantillon à vide et chargé par l'eau déionisée sont mesurés et sauvegardés. Ensuite, les mesures pour chaque mélange du tableau II.3 au chapitre II ont été effectuées.

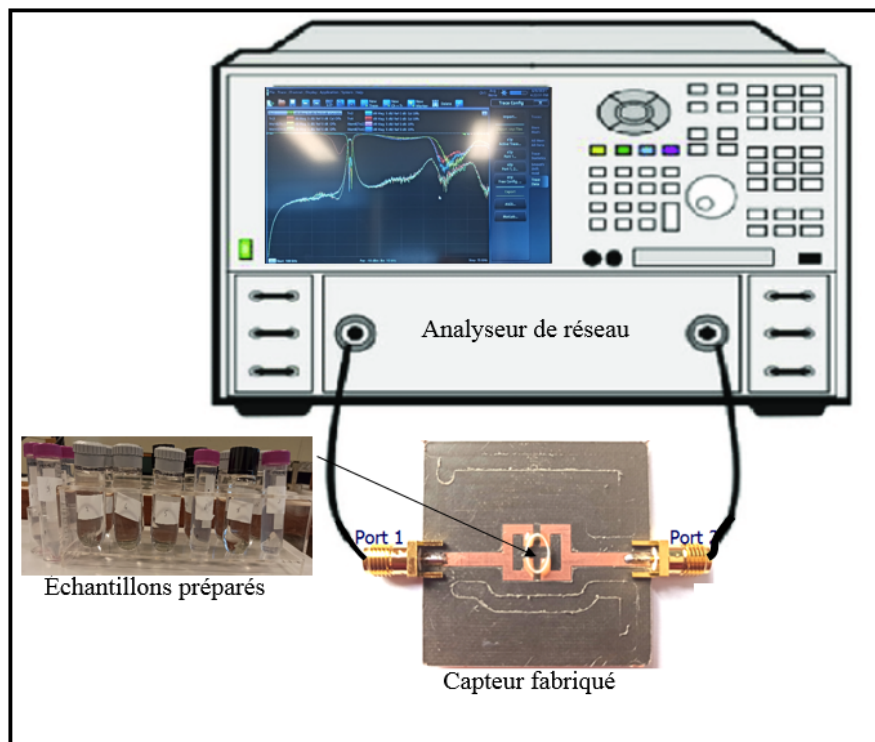


Figure IV.3: Validation expérimentale du capteur fabriqué avec l'échantillon à mesurer

La mesure consiste à remplir le porte-échantillon avec la solution à caractériser au moyen d'une micropipette, et à sauvegarder les paramètres S obtenus. Une fois cette mesure effectuée, on procède au nettoyage soigneux du porte-échantillon avec de l'eau et de l'air comprimé jusqu'à retrouver les mesures des paramètres S à vide précédemment sauvegardé



dans le VNA. Une telle procédure permet de s'assurer du bon rinçage et nettoyage du porte-échantillon. Toutes les mesures ont été effectuées à une température ambiante d'environ 22°C- 23°C, avec donc des variations inférieures à 1°C pour une même session de mesure. Les résultats de mesure en paramètres S pour des concentrations variables de chlorure de sodium et de sucrose sont présentés à la Figure IV.4.

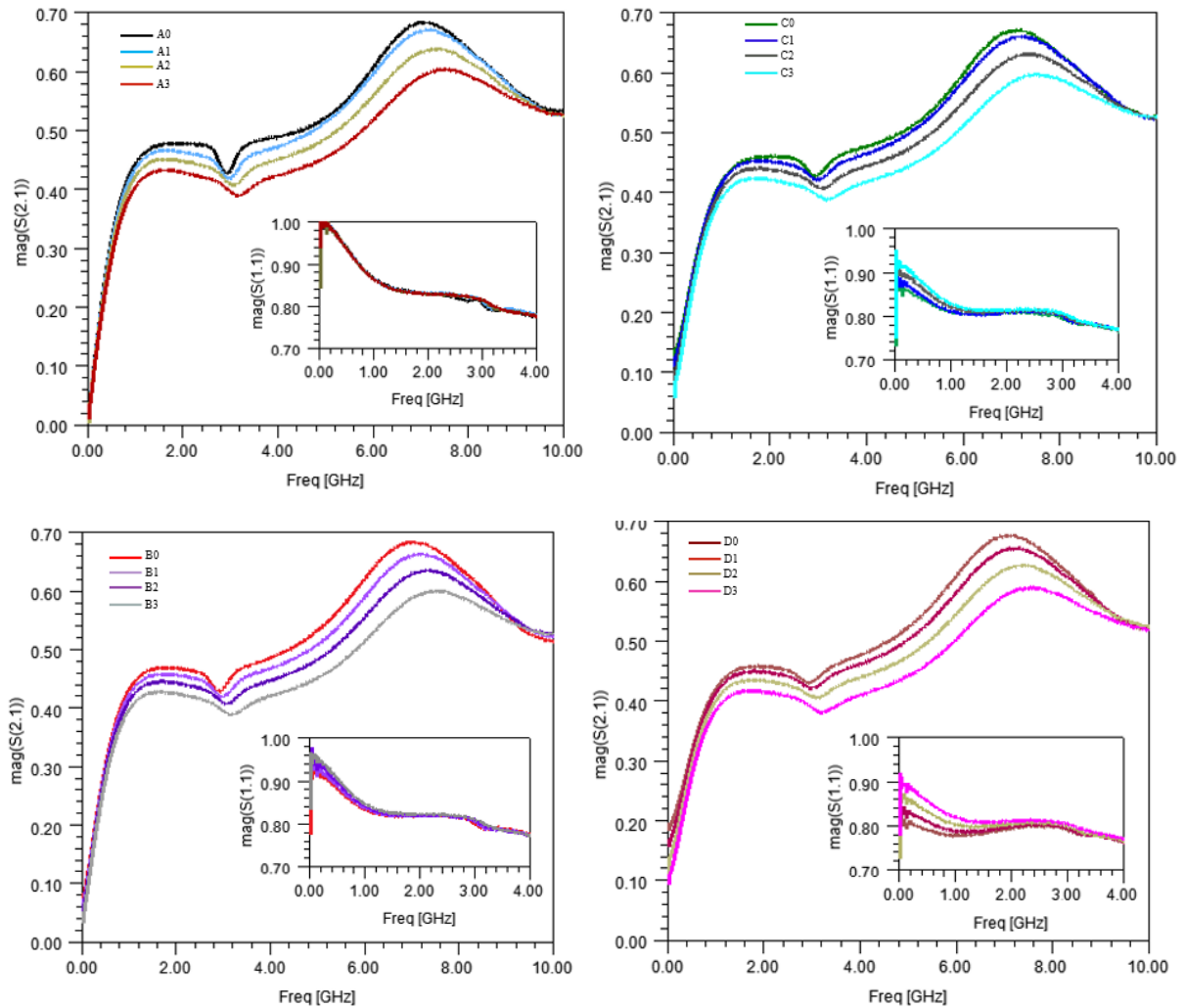


Figure IV.4: Spectres mesurés du paramètre de transmission du capteur micro-ondes pour différents échantillons

Les mesures du coefficient de transmission ( $|S_{21}|$ ) et de réflexion ( $|S_{11}|$ ) ont été obtenues directement à partir de l'analyseur de réseau comme le montre la Figure IV.3. Une analyse approfondie de la Figure IV.4 montre qu'il y a une variation de l'amplitude et de la fréquence du spectre autour de 7 GHz pour différentes concentrations d'échantillons. Les résultats démontrent également la sensibilité du capteur conçu. La variation de la concentration en sucrose dans le mélange pour une même concentration en chlorure de sodium (Figure IV.4) déplace la résonance de notre capteur vers les hautes fréquences ; ceci peut être attendu du

fait que l'augmentation de la fraction volumique du sucre (qui a une constante diélectrique plus faible), et donc la permittivité effective du mélange est réduite, augmentant en conséquence  $f_c$ . On peut noter également les effets distinctifs à basse fréquence qui se produisent lorsque les aspects conducteurs associés à la concentration en chlorure de sodium changent. Alors que, comme prévu, les changements liés à la concentration de sucre ont un impact sur le paramètre S transmis autour de la fréquence de résonance.

## 2.2. Extraction des concentrations des mélanges ternaires.

À partir des mesures des paramètres S des échantillons présentées à la Figure IV.1, et dans le but d'évaluer les performances du capteur, les indicateurs  $\Delta|S_{11}|$  et  $\Delta SR$  sont à nouveau extraits des différents spectres comme dans le chapitre III. Les valeurs du coefficient de réflexion à 100 MHz et du ratio de détection (SR, calculé à partir de la définition de l'équation (III.7)) directement extraites des mesures présentées à la Figure IV.4 sont représentées dans le Tableau IV.1

Tableau IV.1: Paramètres de détection pour chaque échantillon, extraits des mesures EM

Sample	Measured $ S_{11} (100\text{ MHz})$	Measured SR
A0	0.999	9.235
B0	0.919	8.971
C0	0.861	8.681
D0	0.813	8.426
A1	0.999	8.213
B1	0.933	8.012
C1	0.883	7.796
D1	0.839	7.568
A2	0.999	7.091
B2	0.945	6.926
C2	0.903	6.808
D2	0.866	6.671
A3	0.999	6.044
B3	0.958	5.935
C3	0.919	5.820
D3	0.891	5.735

A partir de ce tableau, et en s'appuyant sur les équations fournies au chapitre III, il est possible d'extraire les concentrations des solutions. La méthode d'extraction consiste à résoudre le système d'équation du chapitre III. Elle peut être mise en œuvre dans Matlab™. Dans le cas de cette thèse trois couples de solutions de concentration en sucre et en chlorure de sodium sont déterminés. Des couples présentant des concentrations négatives sont de suite éliminés des possibilités, afin de rester juste avec des solutions de concentration positives. Ces concentrations déterminées, extraites des mesures, sont indiquées dans le Tableau IV.2.

Tableau IV.2: Résumé des concentrations réelles et extraites et de leurs différences relatives

Echantillon	Chlorure de sodium			Sucrose		
	Concentration Réelle (mol/L)	Concentration extraite (mol/L)	Ecart Relatif (D%)	Concentration Réelle (mol/L)	Concentration extraite (mol/L)	Ecart Relatif (D%)
A0	0	0	0	0	0	0
B0	0.051	0.056	+9.8	0	0	0
C0	0.103	0.106	+2.9	0	0	0
D0	0.154	0.157	+1.9	0	0	0
A1	0	0	0	0.293	0.274	-6.5
B1	0.051	0.054	+5.8	0.294	0.266	-9.5
C1	0.104	0.103	+1.0	0.293	0.268	-8.5
D1	0.154	0.156	+1.3	0.292	0.269	-7.8
A2	0	0	0	0.585	0.577	-1.4
B2	0.051	0.054	+5.8	0.585	0.575	-1.7
C2	0.103	0.103	0	0.586	0.564	-3.8
D2	0.154	0.155	+0.6	0.585	0.556	-4.9
A3	0	0	0	0.879	0.857	-2.5
B3	0.051	0.052	+1.9	0.877	0.858	-2.1
C3	0.106	0.108	+1.9	0.877	0.857	-2.3
D3	0.154	0.158	+2.6	0.877	0.851	-2.9

Le tableau montre que les valeurs extraites pour les concentrations sont cohérentes avec les concentrations réelles des échantillons, l'erreur sur chaque paramètre du composé étant inférieure à 10 % pour le chlorure de sodium et pour le sucrose. On constate également des erreurs relatives assez importantes en faible concentration en chlorure de sodium et en sucrose.

### 2.2.1. Evaluation des erreurs

Cependant, afin d'évaluer plus précisément l'erreur commise lors du calcul des concentrations et donc la précision globale du capteur, ces concentrations extraites doivent être comparées aux concentrations réelles comme le montre le Tableau IV.2. Le pourcentage d'erreur quadratique sur la détermination de la concentration pour un soluté donné est calculé pour connaître la précision de mesure du capteur proposé. L'erreur quadratique ( $E_Q$ ) sur la mesure des concentrations en sucrose et chlorure de sodium est estimée comme suit :

$$E_Q = \sqrt{(C_{\text{NaCl}}D)^2 + (C_{\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}}D)^2} \quad (IV.1)$$

Le Tableau IV.3 résume, pour tous les échantillons, les différences relatives pour chaque concentration de soluté ainsi que l'erreur quadratique.

Tableau IV.3: erreur quadratique calculée

Echantillon	Ecart Relatif (%) NaCl	Ecart Relatif (%) C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>11</sub>	E <sub>Q</sub> (%)
A0	0	0	0
B0	+9.8	0	9.8
C0	+2.9	0	2.9
D0	+1.9	0	1.9
A1	0	-6.5	6.5
B1	+5.8	-9.5	11.1
C1	+1.0	-8.5	8.5
D1	+1.3	-7.8	7.9
A2	0	-1.4	1.4
B2	+5.8	-1.7	6.0
C2	0	-3.8	3.8
D2	+0.6	-4.9	4.9
A3	0	-2.5	2.5
B3	+1.9	-2.1	2.8
C3	+1.9	-2.3	2.9
D3	+2.6	-2.9	3.8

D'après le Tableau IV.3, en utilisant les équations dérivées des simulations sur les spectres, l'erreur quadratique moyenne sur l'ensemble des échantillons mesurés est de 10% pour les deux solutés. En effet, comme l'étude repose sur des mesures, des erreurs dues aux conditions expérimentales et de modélisation pourraient être invoquées (modélisation du matériau, mise en équation, erreur de mesure...). Pour évaluer cette hypothèse, et améliorer l'erreur obtenue sur les concentrations des solutés, il serait préférable de modéliser le comportement du capteur à partir des résultats de mesure. Ainsi un nouveau système d'équation basé sur les réponses mesurées sera développé dans la section suivante.

### 2.2.2. Système d'équations et utilisation du modèle dérivée du capteur

Afin de tenter d'améliorer la précision des concentrations extraites, nous avons décidé d'extraire les concentrations en nous appuyant non plus sur des équations basées sur des simulations (chapitre III) mais sur de nouvelles équations directement issues des mesures du capteur avec différents mélanges. Cette étape nous permettra probablement d'avoir une meilleure précision puisque les équations de  $S_{11}$  et SR ne reposeront plus sur des simulations EM avec des modèles pour les matériaux des échantillons mais sur des paramètres mesurés. Ainsi, sur une méthode similaire à ce qui a été présenté dans le chapitre III, les Figure IV.5 et Figure IV.6 présentent les valeurs des indicateurs  $\Delta|S_{11}|$  et  $\Delta SR$  en fonction de la concentration en sucre et chlorure de sodium pour cette série de mesures.

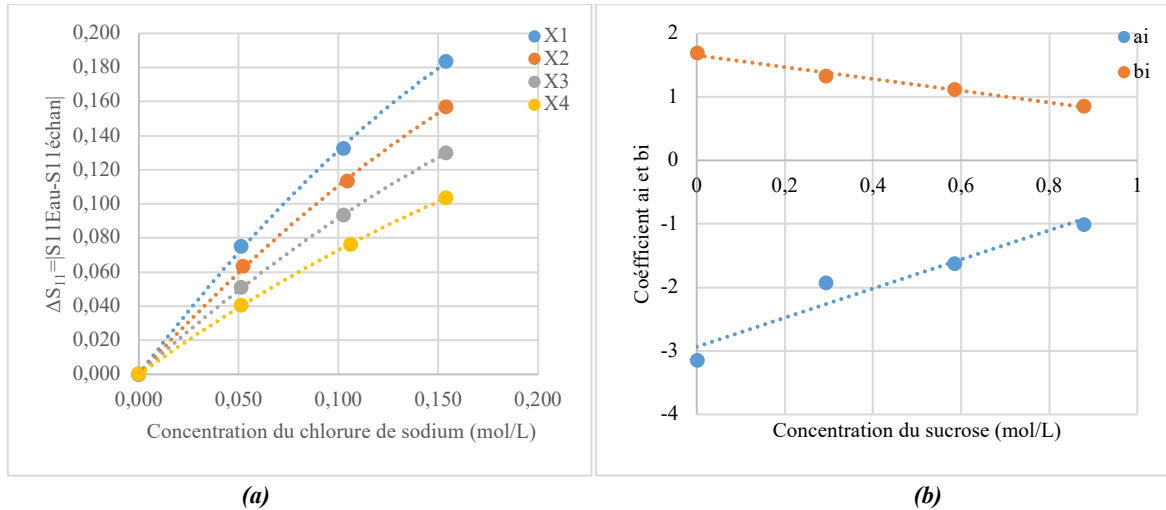


Figure IV.5: (a) Valeurs mesurées de la sensibilité de  $|S_{11}(100 \text{ MHz})|$  en fonction des concentrations en chlorure de sodium, pour différentes concentrations de sucrose (b) Variations de la sensibilité de  $|S_{11}(100 \text{ MHz})|$  en fonction de la concentration en sucrose

Le résultat de la Figure IV.5(a) montre qu'une approximation polynomiale d'ordre 2 permet de décrire la variation des amplitudes pour les différents échantillons. Les valeurs du coefficient de détermination  $R^2$  sont meilleures que (0.9995). Les coefficients de cette équation polynomiale représentent la sensibilité du  $|S_{11}(100 \text{ MHz})|$  du capteur conçu en fonction du sucre (Figure IV.5 (b)). Ces coefficients  $a_i$  et  $b_i$  s'expriment selon une équation d'ordre 1, avec un coefficient de détermination de 0.9661. Ces droites montrent l'impact de la concentration en sucre sur la sensibilité de  $S_{11}$ , qui pourrait également être considéré comme une sensibilité croisée de la concentration en sucre sur la sensibilité de la concentration en chlorure de sodium du capteur. Le coefficient de réflexion mesuré des mélanges ternaires pour la gamme de concentration étudiée s'exprime comme suit :

$$|S_{11}(100 \text{ MHz})|_{\text{échantillon}} = |S_{11}(100 \text{ MHz})|_{\text{Eau}} - [a_i(C_{\text{NaCl}})^2 + b_i(C_{\text{NaCl}})]$$

avec 
$$a_i = 2.293 \times C_{\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}} - 2.935 \quad (IV.2)$$

$$b_i = -0.9295 \times C_{\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}} + 1.6547$$

Avec la concentration de chlorure de sodium ( $C_{\text{NaCl}}$ ) et la concentration de sucre ( $C_{\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}}$ ) exprimées en mol/L.

Les résultats des données recueillies autour de la résonance du capteur (le ratio de détection (SR)) sont présentés à la Figure IV.6.

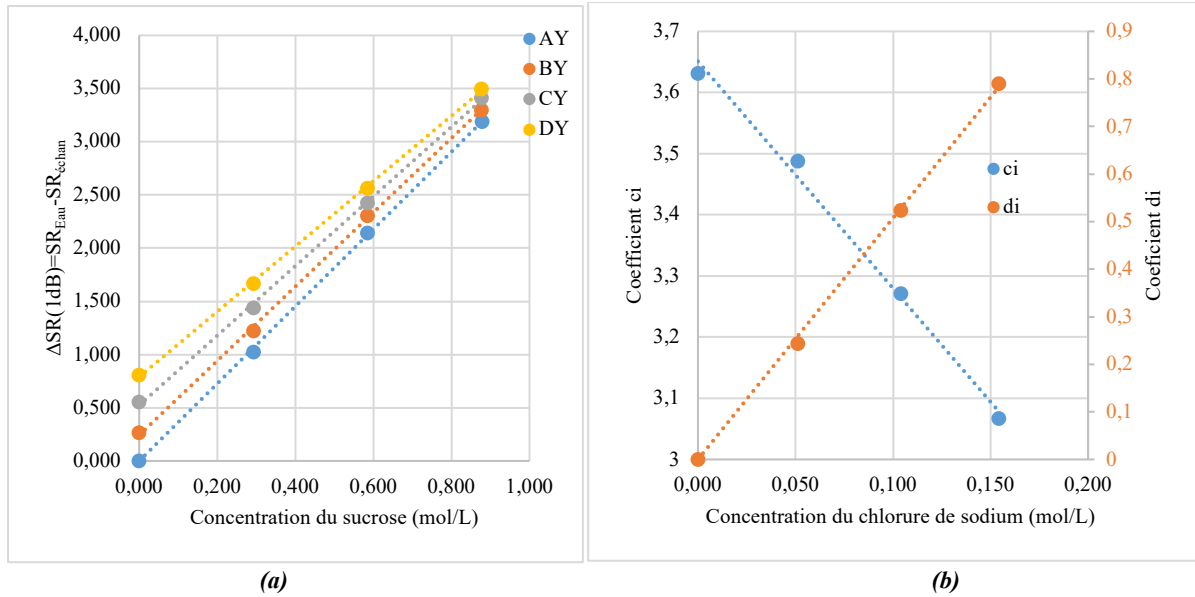


Figure IV.6: (a) Valeurs mesurées de SR en fonction des concentrations en sucre, pour différentes concentrations en chlorure de sodium (b) Variations de la sensibilité du SR en fonction des concentrations en chlorure de Sodium

Des régressions linéaires avec un  $R^2$  meilleur que 0.9994 sont obtenues à partir du Tableau IV.1 sur le SR et sont présentées dans la Figure IV.6(a). Les pentes de chaque ligne représentent la sensibilité mesurée du SR du capteur conçu aux variations de concentration en sucre. La Figure IV.6(b) présente la sensibilité croisée de la concentration en sucre sur la sensibilité de la concentration en chlorure du sodium pour le capteur conçu. L'équation caractérisant le SR est alors la suivante :

$$SR_{\text{échantillon}} = SR_{\text{Eau}} - (ci \times C_{C_{12}H_{22}O_{11}} + di) \quad (IV.3)$$

$$SR_{\text{échantillon}} = SR_{\text{eau}} - (-3.712 \times C_{NaCl} \times C_{C_{12}H_{22}O_{11}} + 3.651 \times C_{C_{12}H_{22}O_{11}} + 5.08 \times C_{NaCl})$$

Avec la concentration de chlorure de sodium ( $C_{NaCl}$ ) et la concentration du sucre ( $C_{C_{12}H_{22}O_{11}}$ ) exprimées en mol/L.

Une fois ces équations posées, il est alors possible de procéder à l'extraction des concentrations à partir des mesures en résolvant le problème inverse.

Le Tableau IV.4 résume, pour tous les échantillons, les concentrations effectives (réelles) et déduites (c'est-à-dire obtenues en résolvant le problème inverse des équations (IV.2) et (IV.3) sur les valeurs mesurées de  $|S_{11}(100 \text{ MHz})|$  et SR).

Tableau IV.4: Résumé des concentrations réelles et extraites en chlorure de sodium et de leurs différences relatives

Echantillons	Chlorure de sodium			Sucrose			$E_Q$ (%)
	Concentration Réelle (mol/L)	Concentration extraite (mol/L)	Ecart Relatif (%)	Concentration Réelle (mol/L)	Concentration extraite (mol/L)	Ecart Relatif (%)	
A0	0	0	-	0	0	0	0
B0	0.051	0.053	+3.9	0	0	0	3.9
C0	0.103	0.103	0	0	0.011	N/A	0
D0	0.154	0.156	+1.3	0	0.006	N/A	1.3
A1	0	0.000	0	0.293	0.280	-4.4	4.4
B1	0.051	0.052	+2.0	0.294	0.279	-5.1	5.4
C1	0.104	0.100	-3.8	0.293	0.284	-3.1	4.9
D1	0.154	0.154	0	0.292	0.287	-1.7	1.7
A2	0	0.000	0	0.585	0.588	+0.5	0.5
B2	0.051	0.053	+3.9	0.585	0.591	+1.0	4.0
C2	0.103	0.101	-1.9	0.586	0.585	-2.0	2.8
D2	0.154	0.153	-0.6	0.585	0.580	-0.9	1.1
A3	0	0.000	0	0.879	0.874	-0.6	0.6
B3	0.051	0.052	+1.9	0.877	0.878	+0.1	1.9
C3	0.106	0.107	+0.9	0.877	0.883	+0.7	1.1
D3	0.154	0.156	+1.3	0.877	0.882	+0.6	1.4

Ce tableau montre une amélioration notable des valeurs de différence relative pour les concentrations de sucrose et une légère amélioration concernant les concentrations extraites de chlorure de sodium par rapport aux concentrations réelles. Il est donc intéressant de noter que les erreurs les plus élevées présentées dans le Tableau IV.3 sont liées aux mêmes échantillons que ceux présentant un niveau d'erreur élevé dans le Tableau IV.4, ce qui pourrait signifier que les erreurs pourraient venir de plusieurs source telles que : la modélisation des matériaux, la manipulation des échantillons et des imprécisions expérimentales etc.

### 3. Etude du Lactate de sodium

Le capteur a été conçu pour de déterminer les concentrations des solutés présentant un comportement ionique d'une part et dipolaire d'autre part. En outre, l'utilisation du capteur montre qu'il est possible de retrouver les concentrations des solutés grâce à leur comportement ionique et dipolaire lorsqu'ils sont mélangés dans des solutions. Donc le capteur est ainsi capable de détecter des concentrations pour des solutés ayant intrinsèquement des propriétés diélectriques ioniques et dipolaires. Dans ce paragraphe, on se propose de tester avec une molécule présentant un aspect ionique et un aspect dipolaire : Le lactate sodium. Vu que le capteur conçu est capable de déterminer deux composés ou deux paramètres, dans le cas où on a un composé comme le Lactate de sodium qui a une réponse à la fois ionique et dipolaire nous allons donc chercher à déterminer un autre paramètre qui est la température.

### 3.1. Préparation des échantillons

Des échantillons de différentes concentrations de Lactate de sodium (solution à 60%) dissous dans de l'eau déionisée ont été préparés. Tous les échantillons d'essai ont été préparés de la même manière en diluant le volume prélevé de lactate de sodium hautement concentré correspondant à une concentration donnée, avec de l'eau déionisée, dans une fiole jaugée de 100 ml. Le Lactate de sodium et l'eau déionisée sont mélangés très soigneusement pour s'assurer de l'homogénéité de la solution. Les concentrations molaires de lactate de sodium sont déterminées en fonction de la concentration initiale ( $C_0$ ) correspondant au volume de lactate de sodium prélevé ( $V_0$ ) que l'on veut obtenir, sachant que l'on connaît le volume final ( $V_f$ ) de la fiole jaugée. La Figure IV.7 illustre le protocole expérimentale de préparation des échantillons.

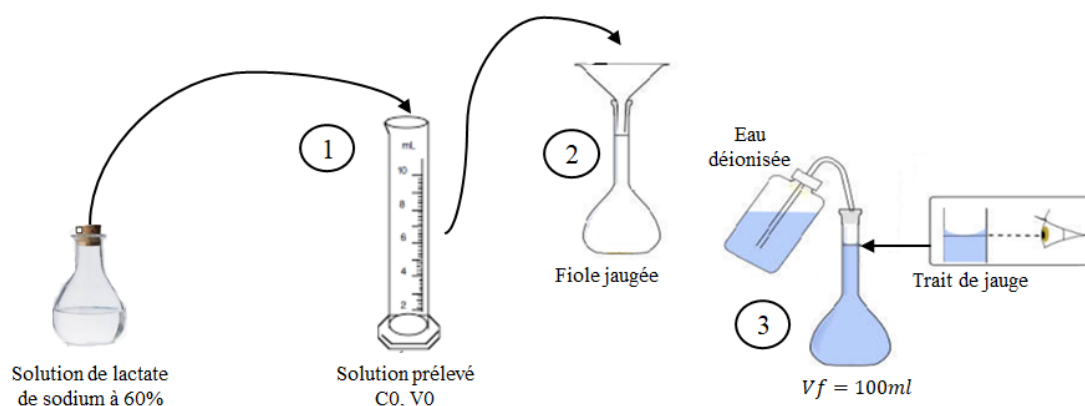


Figure IV.7: Protocole expérimental de préparation des échantillons

Les concentrations molaires de lactate de sodium en solution aqueuse obtenues sont répertoriées dans le Tableau IV.5 ci-dessous.

Tableau IV.5: Préparation des échantillons de lactate

Echantillons	Dilution à partir de la même solution mère avec fiole de 100mL		
	Concentration initiale ( $C_0$ mol/L)	Volume prélevé ( $V_0$ mL)	Concentration obtenu (mol/L)
1	6.282	60	0
2	6.282	55	0.356
3	6.282	45	0.712
4	6.282	40	1.068
5	6.282	30	1.78
6	6.282	25	2.136
7	6.282	15	2.848
8	6.282	10	3.204
9	6.282	5	3.916

Au total, neuf solutions différentes (voir Tableau IV.5), ainsi que le capteur micro-ondes fabriqué ont été utilisées pour des mesures expérimentales visant à analyser le lactate en solution aqueuse pour différentes températures.



### 3.2. Présentation du protocole de mesure

La température est un facteur qui influence les mesures, puisqu'elle fait varier la mobilité des porteurs de charges et la viscosité. L'objectif de cette section est la détermination simultanée de la concentration en lactate de sodium et de la température de la solution en une seule mesure électrique. La détermination des concentrations est faite à l'aide du modèle numérique par régression linéaire sur les  $|S_{11}|$  et le  $|S_{21}|$ . Pour ce faire, l'étude de l'effet de la variation thermique sur le capteur chargé du liquide à caractériser est réalisée afin d'observer les changements possibles sur les paramètres S. L'étude de la variation en température nous donnera des informations sur les variations des différents paramètres du modèle de Cole-Cole en fonction de la température qui se traduisent sur les paramètres S.

Pour démontrer la capacité de détection de température, le capteur chargé du liquide à caractériser est placé dans une enceinte "Binder" contrôlée thermiquement puis connecté à l'analyseur de réseau. Les différentes solutions préparées ainsi que les accessoires nécessaires pendant les mesures sont aussi portés en température. Les mesures sont ensuite effectuées sur tout l'ensemble pour les températures de 15°C à 35°C, pour des concentrations de 0 mol/L-4.272 mol/L de lactate de sodium en solution. Le relevé des mesures est effectué après une attente d'un quart d'heure, afin d'assurer la stabilisation thermique complète du système avant chaque acquisition de données. L'enceinte du four étant grande, il fallait s'assurer que l'échantillon soit entièrement à la température souhaitée. La Figure IV.8 ci-dessous montre le banc de mesure avec le capteur positionné dans la chambre thermique.

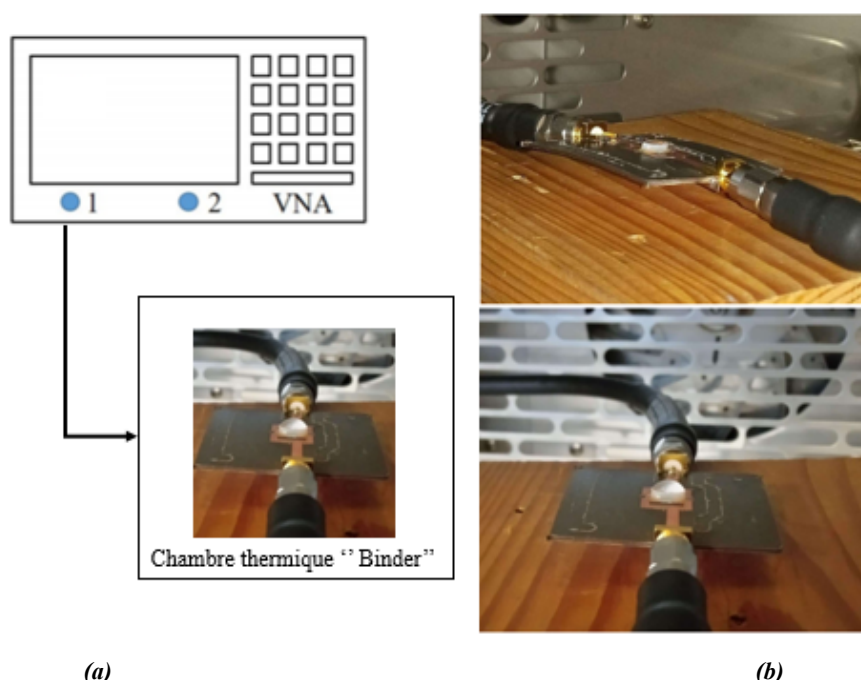


Figure IV.8: banc de test montrant (a) Schéma de la configuration de mesure, et (b) Capteur fabriqué à l'intérieur de la Chambre thermique

Le câble de l'analyseur de réseau (VNA) est inséré à l'intérieur de l'enceinte thermique à travers un trou approprié et un contrôle hygromètre-température a été utilisé pour surveiller la température dans l'enceinte. Stabilisé à une température donnée les paramètres  $S_{11}$  et  $S_{21}$  du capteur chargé du liquide à caractériser au moyen d'une micropipette est par la suite mesuré après un temps d'attente de 15' minimum. Une fois les paramètres S obtenus, le porte échantillon est soigneusement nettoyé avec de l'eau et de l'air comprimé jusqu'à ce que les paramètres de diffusion pour le cas du capteur à vide figé dans l'écran du VNA correspondent aux paramètres S mesurés.

### 3.3. Mesures expérimentales

#### 3.3.1. Influence de la concentration de lactate de sodium à température ambiante

La Figure IV.9 illustre les différentes courbes de réponses mesurées pour des solutions aqueuses ayant des concentrations variables de lactate de sodium dans la gamme de fréquences de 0 à 10 GHz. Les résultats montrent d'une part l'effet de la conductivité ionique à basse fréquence et d'autre part la variation de la réponse autour de la résonance du capteur, dans une région proche de 7 GHz à 25°C.

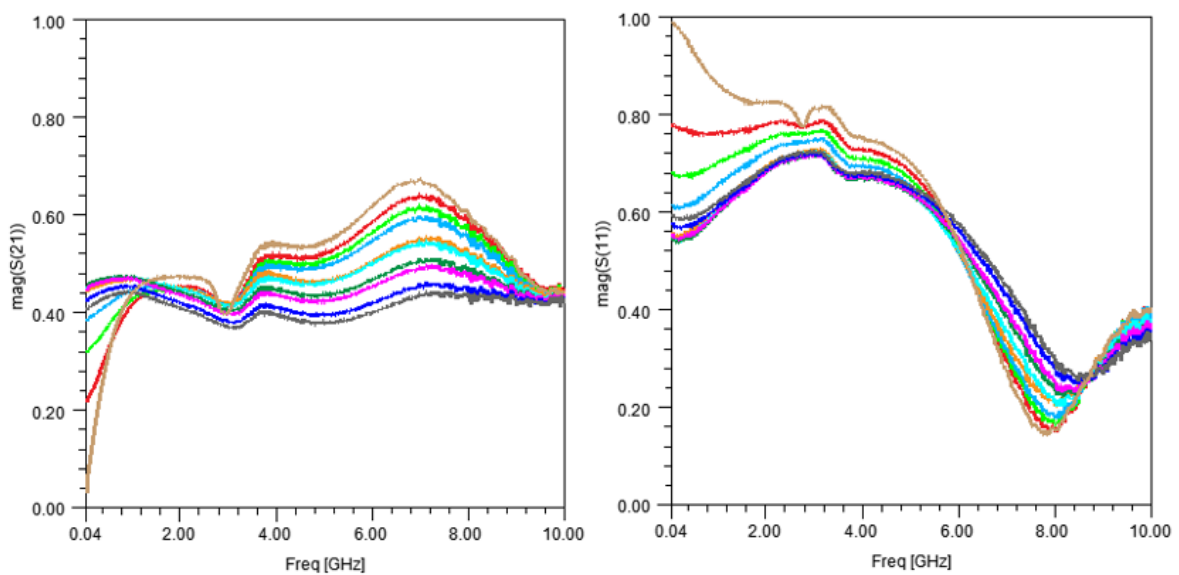


Figure IV.9: Réponse ( $|S_{11}|$  et  $|S_{21}|$ ) du Capteur chargée des échantillon du Tableau IV.5 à différentes concentration de Lactate.

D'après la Figure IV.9, on observe des réponses différentes des paramètres S confirmant la sensibilité de la réponse du capteur vis-à-vis des échantillons testés. On observe des variations liées au changement de conductivité ionique à basse fréquence et des variations autour de 7GHz liées à la modification des propriétés dipolaires des mélanges en fonction de la concentration en lactate.

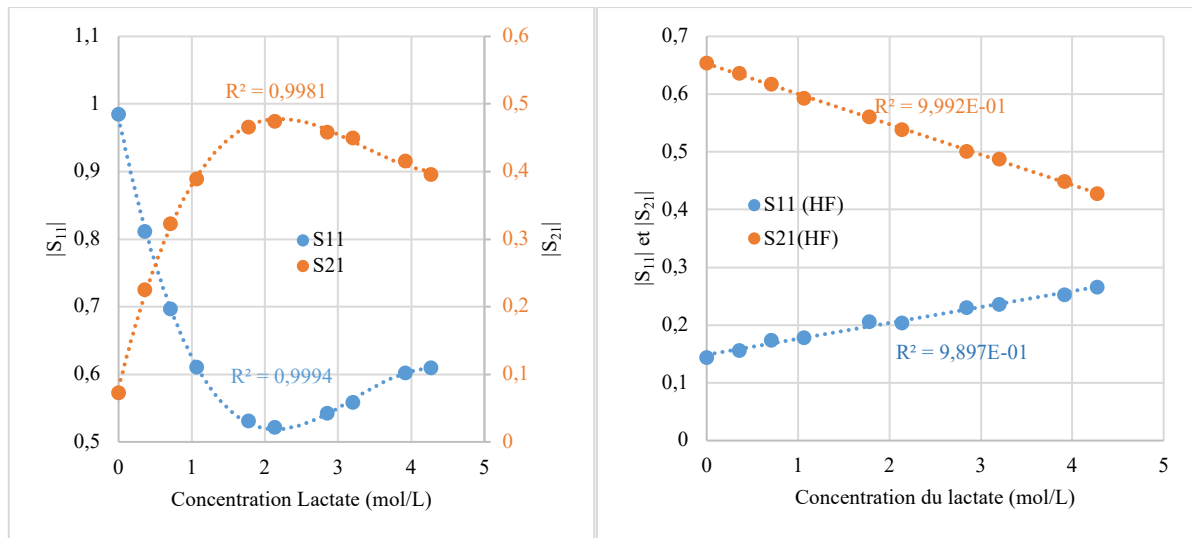
Ces comportements sont donc totalement prévisibles en simulation à l'image de ce qui a été réalisé pour les mélanges ternaires. Ainsi, des simulations électromagnétiques auraient pu être effectuées. Cependant, le gros intérêt de l'intégration de ces modèles dans des simulations électromagnétiques réside dans l'optimisation de la conception du capteur en intégrant les spécificités du matériau. Or dans le cas présent, nous avons réutilisé le capteur déjà conçu et réalisé, aussi, nous n'avons pas optimisé le capteur pour la détection de lactate de sodium mais seulement utilisé le capteur conçu pour la détection de composés ionique et dipolaire décrits dans le chapitre III.

Compte tenu des réponses particulières du lactate de sodium, les indicateurs optimaux ne sont pas nécessairement les mêmes que ceux présentés au chapitre III. Ainsi nous avons analysé la réponse mesurée et présentée à la Figure IV.9 pour extraire les paramètres de détection présentant le meilleur compromis de sensibilité. Nous avons donc choisi de mesurer le  $S_{11}$  et le  $S_{21}$ , car ceux-ci présentaient des variations notables et exploitables tant en basse fréquence qu'en haute fréquence par rapport aux autres indicateurs. De plus compte tenu du fait que nous prévoyons dans la suite de ce chapitre des mesures en température variable, nous avons constaté lors d'une précédente analyse effectuée sur des mélanges ternaires dans le cadre d'une étude de faisabilité que ces indicateurs, particulièrement le  $S_{21}$  en haute fréquence permettait de mieux dissocier l'un des éléments recherchés: la température.

La Figure IV.10 illustre la variation du  $S_{11}$  et du  $S_{21}$  en fonction de la concentration en lactate de la solution.

Tableau IV.6: Extraction paramétrique sur les paramètres  $S$  de mesure de la Figure IV.9

Concentration (mol/L)	$ S_{11} (BF)$	$ S_{21} (BF)$	$S_{11}(HF)$	$ S_{21} (HF)$
0	0.9845	0.073	0.144	0.6533
0.356	0.8111	0.2251	0.156	0.6362
0.712	0.6972	0.3229	0.1732	0.6168
1.068	0.611	0.3889	0.1779	0.5926
1.78	0.5314	0.4657	0.2056	0.5603
2.136	0.5215	0.4744	0.2033	0.5389
2.848	0.5421	0.4582	0.20305	0.5012
3.204	0.5586	0.4499	0.2363	0.4875
3.916	0.6017	0.4153	0.2526	0.4485
4.272	0.6098	0.3954	0.2663	0.4277



(a) (b)  
 Figure IV.10: Variation basse fréquence des coefficients de transmissions et réflexions (a) Variations haute fréquence sur le paramètre de transmission (b)

D'après le Tableau IV.6 et la Figure IV.10(a) on observe en basse fréquence une variation en cloche sur le paramètre de transmission et de réflexion. Cette variation est similaire à celle de la conductivité statique du lactate de la Figure II.30 du chapitre II. Ces paramètres de sensibilité en basse fréquence témoignent bien que, en basse fréquences nous mesurons la conductivité statique. On a ainsi constaté que le coefficient de réflexion offre une meilleure sensibilité en basse fréquence comparé au coefficient de transmission du fait de son meilleur  $R^2$ . Tandis que plus haut en fréquence sur le paramètre de transmission (Figure IV.10(b)), la tendance générale est très clairement linéaire.

Cette sensibilité basse fréquence et haute fréquence montre qu'il est possible d'extraire la concentration du lactate de sodium en solution en utilisant soit le modèle numérique obtenu à partir des sensibilités basse fréquence ou le modèle numérique dérivé des hautes fréquences. L'utilisation simultanée du  $S_{11}$  en basse fréquence et du  $S_{21}$  en haute fréquence permet d'avoir plus d'information que ce qui est requis. On va donc pouvoir extraire une nouvelle information, nous avons choisi dans la suite de se concentrer sur la température comme information complémentaire à extraire.

### 3.3.2. Influence de la température

Les mesures pour tous les échantillons du lactate de sodium en solution ont été effectuées selon la procédure expérimentale décrite précédemment. Afin de mettre en évidence les performances du capteur proposé vis-à-vis de la température, les réponses mesurées pour le capteur à vide (lorsqu'il n'y avait pas de liquide dans le résonateur) et le cas de référence (capteur rempli avec de l'eau déionisée) sont présentées sur la Figure IV.11. Les résultats de

la Figure IV.11(a) ne montrent aucune variation des paramètres S dans la plage de température étudiée. Ceci prouve que le capteur (substrat et porte-échantillon) à vide n'est pas sensible à la température. Les effets de la température sur la permittivité des matériaux du capteur (substrat et porte-échantillon), sur les variations dimensionnelles ou sur la conductivité des conducteurs ne semblent pas décelables.

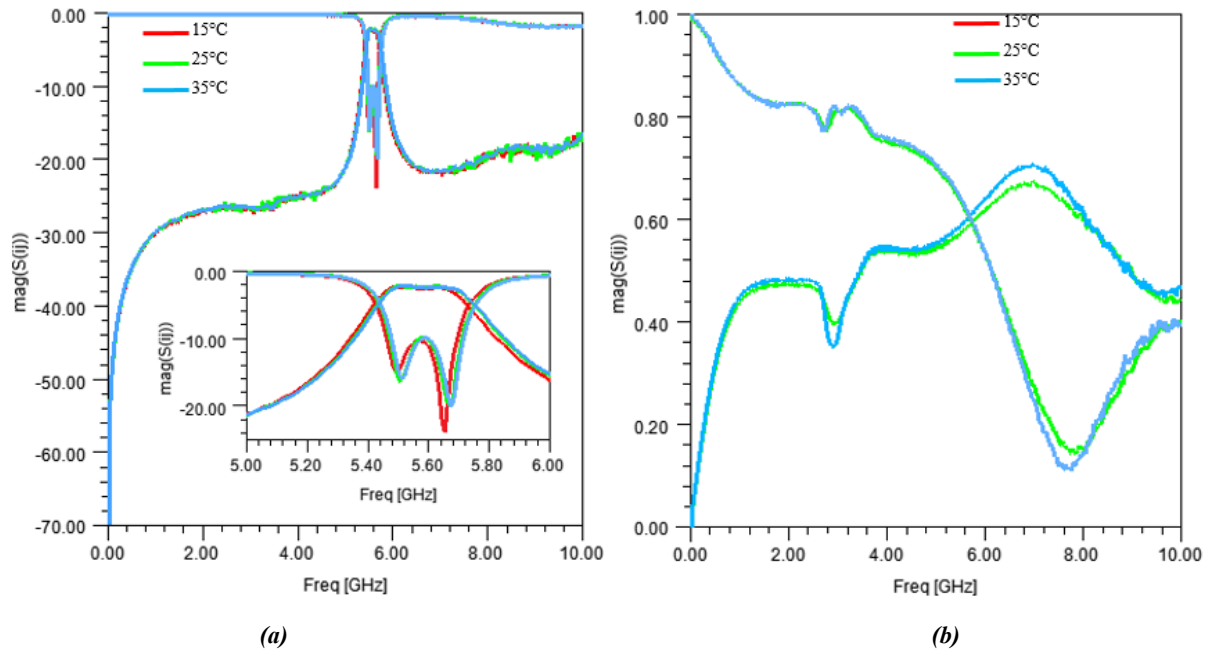


Figure IV.11: mesure expérimentale du capteur à différente température : Capteur sans échantillon (a) et Capteur chargé de l'échantillon d'eau déionisée (b)

Pour ce qui concerne les mesures avec de l'eau déionisée à différente température, on constate des changements évidents à la fréquence de résonance sur le paramètre de transmission ( $S_{21}$ ) lorsque la température de la chambre thermique varie entre 15°C et 35°C. Ces changements d'amplitude augmentent au fur et à mesure que la température augmente. Ainsi nous pouvons remarquer une variation semblable et cohérente avec la variation de la permittivité statique de l'eau présentée à la Figure I.11 du chapitre I. Nous avons également contrôlé la dépendance à la température des paramètres S du capteur chargé avec du lactate de sodium en solution aqueuse pour les différents échantillons du Tableau IV.5 en respectant le protocole ci-dessus. Les paramètres S mesurés de quelques échantillons de 15°C à 35°C sont présentés dans la Figure IV.12. Comme le montre la Figure IV.12, les variations observées sur le paramètre de transmission se situent autour de 7GHz et sur le paramètre de réflexion vers 8 GHz.

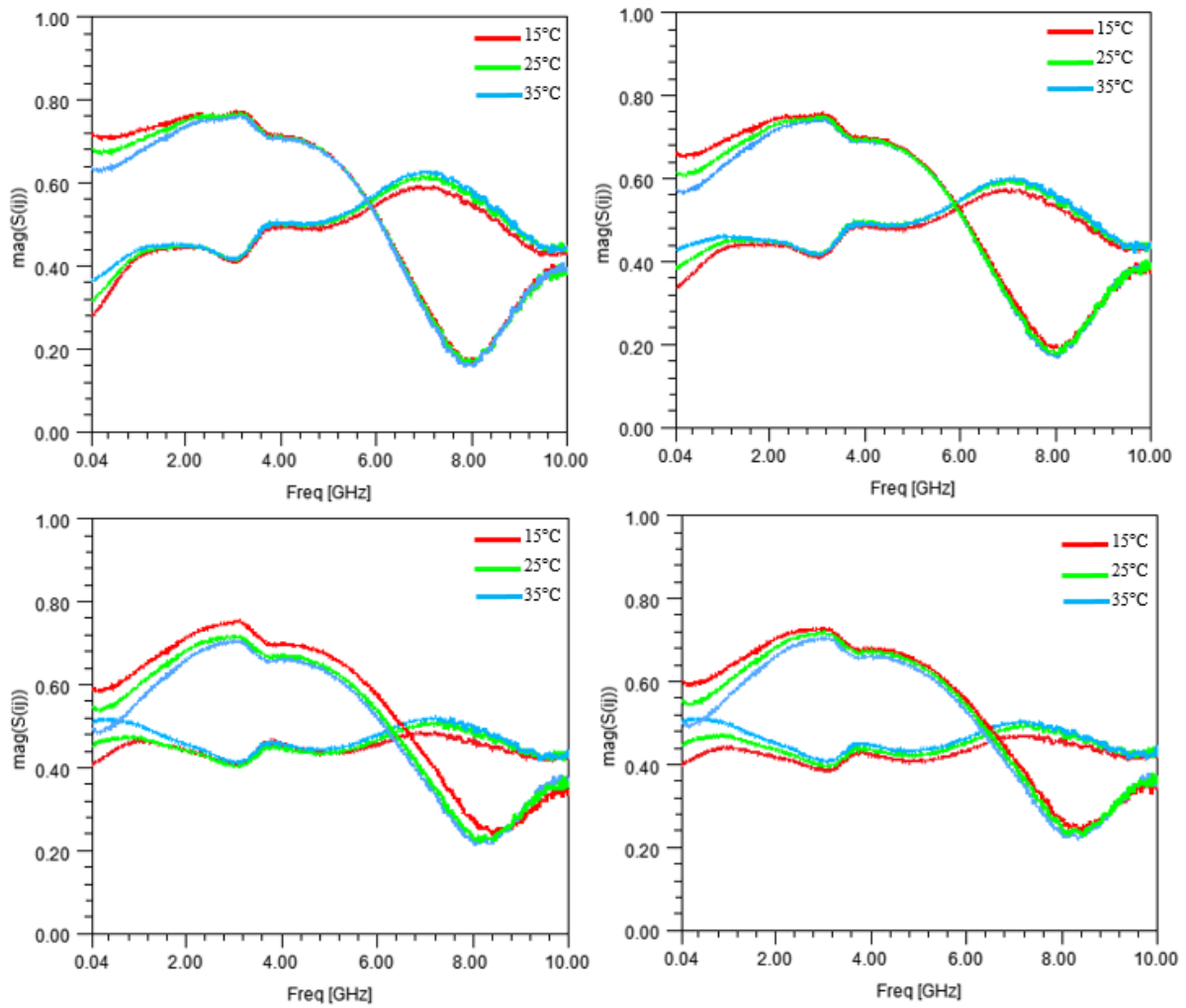


Figure IV.12: mesure expérimentale du capteur à différentes températures pour les échantillons du **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

L'observation des courbes à différentes concentrations et différentes températures, montre un très faible décalage en fréquence, et une variation de l'amplitude de transmission ( $S_{21}$ ). On retrouve le comportement dipolaire sur le paramètre  $S_{21}$ . L'effet de la température est un peu diminué par rapport à l'eau déionisée. L'effet de conduction ionique est bien visible sur les paramètres  $S_{11}$  en basse fréquence. Plus la température est élevée, plus les pertes sont importantes. On retrouve bien le comportement attendu: une conductivité ionique qui augmente avec la température sous l'effet de l'augmentation de la mobilité des ions (diminution de la viscosité).

### 3.4. Modélisation paramétrique

#### 3.4.1. Etude paramétrique

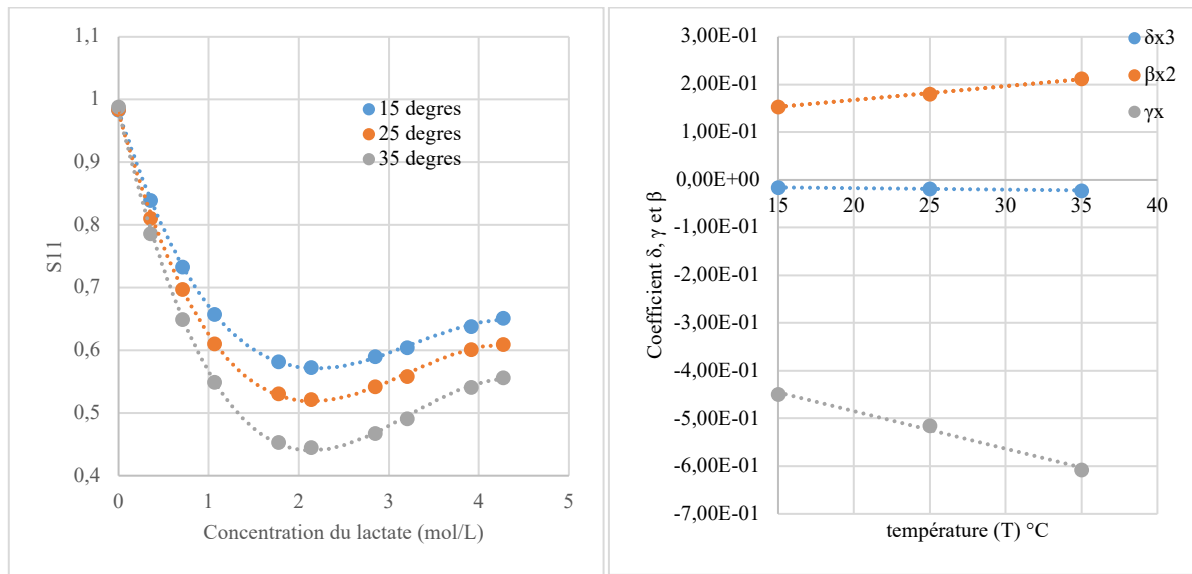
Afin de déduire des lois de variation en température et ainsi extraire la concentration en lactate de sodium et la température à partir du capteur, nous avons choisi de nous intéresser à deux bandes de fréquences. La partie hautes fréquences est étudiée à la fréquence de résonance du capteur. Pour la partie à basses fréquences nous avons choisi 100 MHz, pour être certains de s'affranchir de tout effet de polarisation d'électrodes. A cette fréquence, la phase présente un plateau (polarisation minimale). L'ensemble des caractéristiques basse et haute fréquences mesurées sur les différents échantillons est répertorié dans Tableau IV.7.

Tableau IV.7: Paramètres de détection pour chaque échantillon de solution de lactate, extraits des mesures EM à différent température

Echantillons	Température (°C)	Concentration (mol/L)	$ S_{11} (BF)$	$ S_{21} (HF)$
Eau	15	0	0.9835	0.6313
	25		0.9845	0.6533
	35		0.9884	0.6751
9	15	0.356	0.8391	0.6121
	25		0.8111	0.6362
	35		0.7867	0.6581
8	15	0.712	0.7333	0.5951
	25		0.6972	0.6168
	35		0.6321	0.6379
7	15	1.068	0.6576	0.5710
	25		0.611	0.5926
	35		0.6491	0.6184
6	15	1.780	0.5818	0.5356
	25		0.5314	0.5603
	35		0.5491	0.5818
5	15	2.136	0.5726	0.5234
	25		0.5215	0.5389
	35		0.4536	0.5586
4	15	2.848	0.5899	0.4828
	25		0.5421	0.5012
	35		0.4451	0.5183
3	15	3.204	0.6047	0.4681
	25		0.5586	0.4875
	35		0.4681	0.5049
2	15	3.916	0.6323	0.4292
	25		0.6017	0.4485
	35		0.4915	0.4672
1	15	4.272	0.6383	0.4113
	25		0.6098	0.4277
	35		0.5565	0.4486

Comme dans la section précédente pour élaborer les variations des paramètres S en basse fréquence, la variation du coefficient de réflexion ( $S_{11}$ ) issue des mesures a été tracée en fonction de la température. L'expression de la dépendance du  $S_{11}$  par rapport à la concentration en lactate de sodium peut être obtenue en utilisant un outil d'ajustement de

courbe (curve fitting). La Figure IV.13 montre le coefficient de réflexion du capteur en fonction de la concentration et la sensibilité croisée du capteur en fonction de la température.



(a) (b)  
Figure IV.13: Sensibilité basse fréquence du capteur: (a) Variation du coefficient de réflexion en fonction de la concentration en Lactate de sodium (b) Sensibilité croisée en fonction de la température.

Le coefficient de réflexion du capteur change en fonction de la concentration des échantillons en lactate dans la plage de température de 15°C à 35°C. Il est donc possible d'extrapoler à partir des points tracés des approximations polynomiales comme le montre la Figure IV.13(a). Pour les fortes concentrations les variations en fonction de la température sont facilement identifiables par contre en faible concentration elles sont assez resserrées. On peut observer que le coefficient de réflexion du capteur diminue proportionnellement à la concentration de lactate de sodium. A partir de 1.567 mol/L on voit une chute de la courbe de variation traduisant ainsi les effets présentés au chapitre II. Partant de ces courbes en basse fréquence la loi de variation pour déterminer la température et la concentration en ion en fonction du paramètre  $S_{11}$  est déduite comme suit.

$$|S_{11}| = [\delta \cdot C_L^3 + \beta \cdot C_L^2 + \gamma \cdot C + d]$$

avec

$$\delta = -3.095 \times 10^{-4} \times T - 1.102 \times 10^{-2}$$

$$\beta = 2.9 \times 10^{-3} \times T - 1.096 \times 10^{-1} \quad (IV.4)$$

$$\gamma = -7.88 \times 10^{-3} \times T - 3.27 \times 10^{-1}$$

$$d = 0.975$$

où la concentration en lactate de sodium ( $C_L$ ) est donnée en mol/L et la température (T) en Celsius.



La sensibilité du capteur a ensuite été évaluée pour sa performance dans la détection du Lactate de sodium plus haut en fréquence (fréquence centrale) sur le coefficient de transmission. On observe une diminution en fonction de la concentration du paramètre  $S_{21}$

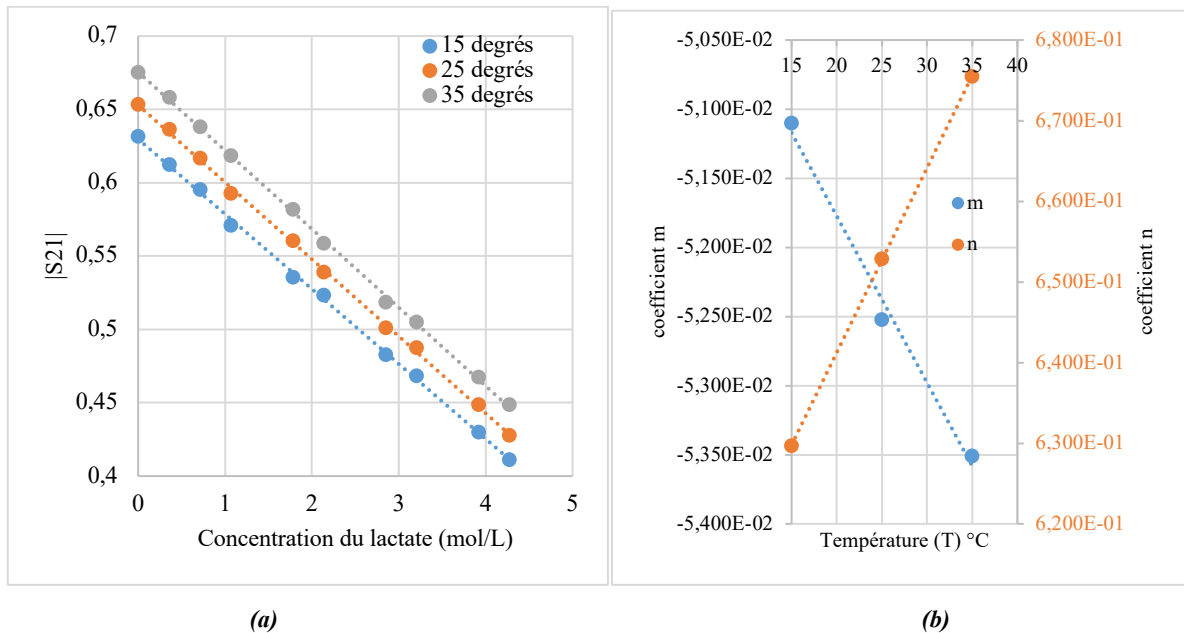


Figure IV.14: Sensibilité haute fréquence du capteur : (a) Variation du coefficient de transmission en fonction de la concentration en Lactate de sodium (b) Sensibilité croisée en fonction de la température

Les résultats montrent une réponse linéaire pour les concentrations en lactate de sodium dans la gamme de 0 à 4.27 mol/L (Figure IV.14(a)) donnant une équation avec un coefficient de détermination  $R^2$  meilleur que 0.9991. La Figure IV.14(b) illustre la courbe d'étalonnage tracée à partir des points de données de la Figure IV.14(a) en fonction des concentrations de lactate de sodium, avec un coefficient de détermination de  $R^2 = 0.9895$ . Ainsi, en effectuant des mesures d'amplitude en présence d'un échantillon, il est possible de relier la concentration en lactate de sodium et la température au module  $S_{21}$ :

$$|S_{21}| = (m \times C_L) + n$$

$$|S_{21}| = [(-1.205 \times 10^{-4}) \times T + (-4.936 \times 10^{-2})]C_L + [2.29 \times 10^{-3} \times T + 5.955 \times 10^{-1}] \quad (IV.5)$$

### 3.4.2. Détermination de la température et concentration du lactate de sodium

Une fois les équations reliant les grandeurs mesurées en basse et haute fréquence à la concentration en lactate et à la température, nous avons procédé à la résolution du problème inverse. Ainsi, les modèles numériques dérivées à partir des équations (IV.4) et (IV.5), seront utilisés dans cette partie pour prédire les concentrations en Lactate de sodium et les températures de mesure. En résolvant le système d'équation à deux inconnues, on obtient les

tableaux suivant avec les concentrations en lactate de sodium et températures calculées pour toutes les solutions connues.

Tableau IV. 8: Résumé des concentrations de lactate réelles et extraites et de leurs différences relatives à 15°

Echantillons	Concentration Réelle (mol/L)	Concentration Extraite (mol/L)	Ecart Relatif (%)	T° Extraite	Ecart absolu (T°)
Eau	0	0	NA	15.5	0.5
9	0.356	0.361	-1.54	15.7	0.7
8	0.712	0.712	0	14.2	0.8
7	1.068	1.110	-3.9	15.1	0.1
6	1.780	1.840	-3.4	15.6	0.6
5	2.136	2.105	1.5	16.2	1.2
4	2.848	2.910	-2.2	16.3	1.3
3	3.204	3.210	-0.2	16.2	1.2
2	3.916	3.970	-1.4	16.8	1.8
1	4.272	4.280	-0.2	15.3	0.3

Tableau IV. 9: Résumé des concentrations de lactate réelles et extraites et de leurs différences relatives à 25°

Echantillons	Concentration Réelle (mol/L)	Concentration Extraite (mol/L)	Ecart Relatif (%)	T° Extraite	Ecart absolu (T°)
Eau	0	0	NA	25.1	0.1
9	0.356	0.364	-2.3	26.1	1.1
8	0.712	0.697	2.1	25.3	0.3
7	1.068	1.080	-1.1	23.5	1.5
6	1.780	1.720	3.4	23.8	1.2
5	2.136	2.110	1.2	23.3	1.7
4	2.848	2.830	0.6	23.4	1.6
3	3.204	3.10	3.2	23.1	1.9
2	3.916	3.930	-0.35	23.1	1.9
1	4.272	4.250	-0.51	23.8	1.2

Tableau IV. 10: Résumé des concentrations de lactate réelles et extraites et de leurs différences relatives à 35°

Echantillons	Concentration Réelle (mol/L)	Concentration Extraite (mol/L)	Ecart Relatif (%)	T° Extraite	Ecart absolu T°
Eau	0	0	NA	34.5	0.5
9	0.356	0.364	-2.25	35.8	0.8
8	0.712	0.716	-0.56	35.3	0.3
7	1.068	1.080	-1.12	35.2	0.2
6	1.780	1.760	1.12	35.2	0.2
5	2.136	2.160	-1.12	34.8	0.2
4	2.848	2.940	-3.23	36.8	1.8
3	3.204	3.230	-0.8	36	1
2	3.916	3.920	-0.1	36	1
1	4.272	4.220	1.22	35	0

On constate dans les trois tableaux une variation des concentrations en fonction de la température. On remarque également que plus la température est élevée, plus faible est

l'erreur relative sur la concentration. Le pourcentage d'écart relatif de modélisation sur la concentration en Lactate de sodium est de 0.2% avec un maximum de 3.9% pour les plus faibles concentrations à la plus faible température. Remarquons également une erreur absolue maximale de 2° C sur la température dans l'ensemble des tableaux. Ces tableaux mettent en évidence qu'il est possible de trouver simultanément les concentrations en Lactate de sodium et la température à partir de la mesure d'un seul capteur.

Dans l'ensemble les concentrations prédites se sont avérées très proches des concentrations réelles avec un coefficient de détermination  $R^2$  de 0.9994. L'erreur standard de prédiction sur la concentration en lactate de sodium s'est également avérée relativement faible, car la molarité est arrondie et l'erreur ne porte que sur des chiffres non significatifs.

## **Conclusion**

Ce chapitre rapporte l'étude expérimentale et numérique du capteur planaire pour valider la méthode proposée de détermination des concentrations en solution. Ainsi nous avons pu démontrer l'intérêt d'un capteur planaire basé sur le SRR pour la détection de concentration ou d'autres paramètres comme la température.

Dans la première partie, les mesures de quantification de mélanges d'eau déionisée, de chlorure de sodium et de sucrose, ont donné une bonne indication de la manière dont le capteur fabriqué pourrait être appliqué. La sensibilité du capteur proposé a été analysée en termes de coefficient de réflexion (en basse fréquence), Ratio de détection (SR) et de perte d'insertion ( $S_{21}$ )(en haute fréquence). En utilisant les paramètres S, une tendance numérique valide pour la molarité des solutions a été trouvée. En utilisant un seul capteur les concentrations en chlorure de sodium et en sucrose ont été trouvées. De même, les concentrations extraites estimées à partir du modèle numérique étaient légèrement différentes des concentrations réelles. Bien que ce modèle numérique soit assez précis, elle nécessite un ensemble de mesures suffisamment important pour calibrer avec précision les changements relatifs du matériau diélectrique.

Nous avons conclu que nous avons réussi à développer un système de détection pour un système de surveillance basé sur la technologie planaire. Bien qu'il existe de nombreuses recherches liées à la détection d'un seul composés, ce développement a créé une voie pour les chercheurs intéressés par la détection de deux composés ayant une signature électromagnétique différente (chlorure de sodium et sucrose), en utilisant deux grandeurs

caractéristiques à différente fréquence de fonctionnement d'un seul et unique capteur exploitant deux bandes de fréquence différentes.

La seconde partie a permis de réaliser l'étude expérimentale pour différents échantillons de lactate de sodium. La structure initiale du capteur a été modélisée et simulée. Les mesures initiales avaient pour but de comparer les résultats de la simulation et les mesures physiques. Des mesures empiriques ont été effectuées à température ambiante pour différents échantillons de lactate de sodium. Ensuite un protocole de mesure pour différentes températures a été mis en œuvre. Un modèle basé sur des résultats de mesures pour déterminer simultanément la concentration du lactate de sodium et la température, a été développé. En utilisant ce modèle la température expérimentale et la concentration en lactate de sodium peuvent être exprimées à 0.1% près. Cette expérience a montré que la concentration en lactate de sodium et la température peuvent être mesurées simultanément à l'aide de cette méthodologie.

Nous avons voulu montrer une preuve de faisabilité et de concept qui pourrait servir efficacement et être utilisée dans des installations industrielles. Cette preuve de concept porte sur l'extraction de deux paramètres qui ne sont pas des concentrations. Deux paramètres distincts avec le capteur conçu sur un composé qui a une signature à la fois ionique et dipolaire (lactate de sodium).



**CONCLUSION GENERALE  
ET PERSPECTIVES**





---

## Conclusion générale et perspectives

---

Le travail présenté dans cette thèse est divisé en 4 étapes. Le premier objectif était de caractériser et de modéliser les mélanges binaire et ternaire de chlorure de sodium et de sucrose. Deuxièmement, de caractériser et modéliser les solutions de lactate qui est un composé possédant une signature électromagnétique ionique et dipolaire. Troisièmement, de développer un capteur planaire de détection non invasive pour prédire la concentration dans un mélange ternaire de chlorure de sodium et de sucrose. Quatrièmement, de prédire la concentration d'un matériau complexe (Lactate) et un autre paramètre ici la température. Pour répondre à ces objectifs l'étude bibliographique a permis de considérer un panel de dispositifs à partir des technologies planaires. La solution que nous avons retenue parmi tous ces travaux est la solution utilisant un résonateur à boucle ouverte radiofréquence (RF) basée sur l'interaction entre le champ électrique microondes et le matériau à tester (MUT), pour la détermination de la concentration de divers composés dans une solution aqueuse. Dans ce travail, l'interaction entre le champ électrique micro-onde et un échantillon diélectrique dans des capteurs micro-ondes résonnants a été discutée en détail car la conception de capteur nécessite une bonne compréhension de la réponse d'un matériau à la propagation des micro-ondes. Dans ce domaine, la structure initiale du résonateur à boucle ouverte (SRR) a été modélisée, simulée et fabriquée pour atteindre à la fois une haute sensibilité et une haute efficacité, ce qui est nécessaire pour le traitement de donnée.

Les conclusions peuvent être résumées selon les chapitres de la thèse comme suit :

### **A. Chapitre I :**

Le premier chapitre nous a permis d'exposer de manière synthétique les bases théoriques 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. L'effet de la température sur les propriétés diélectriques de l'eau et d'une solution aqueuse de chlorure de sodium a été abordé. L'historique des technologies microondes fondamentales et de leurs capacités de détection a été présenté, en particulier celles qui sont pertinentes pour la caractérisation des propriétés diélectriques. Les principales méthodes utilisées ont été passées



en revue, avec les avantages et les inconvénients de chacune en termes de fréquence de fonctionnement, de précision de mesure, de température de l'environnement, de forme et de taille de l'échantillon. Dans ce contexte, nous avons exploité l'interaction entre les ondes électromagnétiques hyperfréquences et les liquides afin de réaliser des capteurs à faible coût, qui soient sensibles, rapides et fiables. Nous avons, dans la seconde partie de ce chapitre, procédé à l'état de l'art des techniques hyperfréquences pour la détection de la concentration en chlorure de sodium, en sucrose et en lactate dans des solutions aqueuses.

Ce chapitre est lié à une revue de la littérature relative à la caractérisation des matériaux diélectriques. Il décrit les principes fondamentaux des diélectriques, leur nature complexe ainsi que leur dépendance à la fréquence. Enfin, certaines techniques importantes de mesure de la propagation des ondes guidées et en espace libre sont abordées, ainsi que les techniques utilisant la résonance afin de fournir un contexte plus large pour les configurations de mesure possibles.

## **B. Chapitre II**

Dans le chapitre II, nous avons tout d'abord décrit la méthode d'ajustement dans le but d'extraire les paramètres de Cole-Cole nécessaires pour la caractérisation et modélisation des matériaux. Nous avons ensuite étudié et caractérisé dans les bandes d'utilisation les mélanges binaires de chlorure de sodium et de sucrose ; les mélanges ternaires et le lactate en solution. Un grand nombre de données expérimentales est obtenu à l'aide de mesures effectuées en sonde coaxiale. Ces mesures nous ont permis avec d'autres données expérimentales obtenues grâce à la littérature de modéliser les solutions étudiées.

Les résultats expérimentaux de cette étude ont permis de développer des modèles numériques de la permittivité diélectrique complexe pour des mélanges ternaires en fonction de la concentration en chlorure de sodium et de sucrose, et l'autre pour des solutions aqueuses de lactate en fonction de la température et de la concentration en lactate. 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 100 MHz jusqu'à 50 GHz.

## **C. Chapitre III**

Un résonateur à boucle ouverte a été mise au point pour déterminer la concentration des solutés en utilisant la théorie des perturbations lorsque l'échantillon est placé dans un champ électrique. L'originalité de ce travail consiste à utiliser le couplage inter-résonateur et un porte-échantillons sans fond pour faciliter la sensibilité en très basse fréquence. Par

conséquent, des simulations du résonateur ont été réalisées pour fournir des informations sur la relation entre la permittivité complexe des échantillons sous test d'une part et les paramètres S d'autre part. Les données de simulation ont montré que le paramètre de réflexion ( $S_{11}$ ), le paramètre de transmission ( $S_{21}$ ) ainsi que le ratio de détection (SR) du résonateur sont sensibles aux changements de permittivité des matériaux. Les résultats de simulations sont encourageants.

## **D. Chapitre IV**

Nous avons consacré le quatrième chapitre à la fabrication et l'analyse des résultats expérimentaux du capteur; ainsi qu'à la présentation des modèles numériques dérivés du capteur destinés à évaluer les concentrations des solutés. En outre, nous avons démontré la fonctionnalité du capteur par l'extraction des concentrations en chlorure de sodium, et en sucrose. Par conséquent, nous concluons qu'il a été possible d'intégrer toutes les techniques disponibles dans un prototype portable pour la surveillance non invasive de plusieurs analytes. La capacité de surveiller plusieurs analytes simultanément facilitera potentiellement une évaluation relativement plus précise de certaines conditions, car il est toujours préférable de disposer de plusieurs mesures d'évaluation plutôt que de dépendre d'une seule qui pourrait ne pas être toujours précise. La section suivante démontre l'applicabilité du prototype pour quantifier de manière non invasive la composition en lactate dans une solution en température variable. De nombreuses améliorations sont encore nécessaires en vue de parvenir à un protocole satisfaisant pour des applications de détection à température variable. Les pistes d'amélioration sont le contrôle continu de température dans l'enceinte de mesure, et la réduction des étapes de manipulation. Une recherche d'amélioration du protocole est également nécessaire en plus des voies d'améliorations citées ci-dessous. Avec quelques améliorations, on peut dire que le système de lecture multi paramétrique (Température et Concentration du lactate) du capteur est une bonne solution pour relever le défi de la mesure de la mesure de plusieurs composés en solution

## **Perspectives**

Cette thèse est une première étape du transfert de la preuve de concept vers des applications pratiques. Le développement du prototype présenté a ouvert la voie à d'autres recherches et développements. Nous avons identifié quelques domaines qui pourraient nécessiter des efforts supplémentaires. Ceux-ci incluent de façon non limitée:

Le domaine des sciences des matériaux, des travaux ultérieurs pourraient inclure l'augmentation de la sensibilité par l'amélioration de la conception du capteur afin d'aborder

des plages de concentrations plus élevées, plus adaptées aux applications industrielles potentielles. Enfin, la conception d'un capteur à micro-ondes capable de surveiller plus de deux concentrations de composés est également un défi intéressant si l'on considère la demande croissante de capteurs hautement sensibles et mesurant en continu.

Le domaine des micro-ondes, il serait intéressant de fabriquer des capteurs plus stables, capables de fonctionner en continu. Étant donné que le capteur n'a pas été testé dans le temps, il faudra procéder à cet essai pour voir si la durée de stockage a eu un impact sur la sensibilité afin de déterminer sa stabilité et sa sensibilité. L'étude et la mise sur pied d'un système complet du capteur de détection des micro-ondes pour les applications de laboratoire sur puce dans les disciplines telles que pharmaceutique, agro-alimentaire et clinique, où le contrôle de concentration en chlorure de sodium et sucrose sont nécessaires.

**Titre :** Conception de capteurs électromagnétiques dédiés au suivi des données physiologiques et basées sur l'exploitation des propriétés ioniques et/ou dipolaire des matériaux.

**Mots clés :** Capteur hyperfréquence, Lactate de sodium, Sucrose, Chlorure de sodium, Eau déionisée

**Résumé :** De nos jours, l'extraction d'informations significatives, continues, précises et en temps réel liées à la configuration et à la qualité des propriétés des matériaux est d'une importance capitale pour le bon fonctionnement de tout système. L'une des voies pour obtenir des données précises, et de manière non intrusives est d'utiliser des capteurs planaires microondes. En conséquence cette catégorie de capteur présente un intérêt majeur dans les applications (agroalimentaire, clinique et chimique) où la détermination précise de la concentration du chlorure de sodium et de sucrose est importante.

Nos travaux ont visé le développement de capteurs hyperfréquences pour l'analyse des mélanges ternaires impliquant du chlorure de sodium et du sucrose dans des solutions aqueuses, ceci a ouvert la voie à la détection de composé ayant à la fois des comportements ionique et dipolaire et notamment du lactate de sodium. Le lactate est un composé singulier

ayant un comportement ionique et dipolaire. Le développement du capteur à tout d'abord nécessité la caractérisation diélectrique large bande de ces mélanges à différentes concentrations, mettant en évidence un double comportement avec des effets de conduction à basse fréquence et de relaxation dipolaire aux fréquences micro-ondes. Aussi, une partie importante du travail s'est focalisée sur la déduction des modèles prédictifs des variations des paramètres du modèle Cole-Cole de la permittivité en fonction de la concentration des solutés. Sur la base de cette modélisation, un capteur innovant basé sur les microondes et capable de mesurer les concentrations des solutés, ainsi que la température a été mis au point, conçu et validé expérimentalement. L'originalité de ce travail est de donner une preuve de faisabilité d'un tel capteur à double paramètre, ses capacités de détection étant exclusivement basées sur des mesures électriques.

**Title :** Design of electromagnetic sensors dedicated to the monitoring of physiological data and based on the exploitation of ionic and/or dipolar properties of materials

**Keywords:** Microwave sensors, Sodium Lactate, Sucrose, Sodium Chloride, Deionised water, viscosity, SRR.

**Abstract:** Nowadays, the extraction of meaningful, continuous, accurate and real-time information related to the configuration and quality of material properties is of paramount importance for the proper functioning of any system. One way to obtain accurate, non-intrusive data is to use planar microwave sensors. Consequently, this class of sensor is of major interest in applications (food, clinical and chemical) where accurate determination of sodium chloride and sucrose concentration is important. Our work focused on the development of microwave sensors for the analysis of ternary mixtures involving sodium chloride and sucrose in aqueous solutions, which has opened the way to the detection of compounds with both ionic and dipolar behaviours, notably sodium lactate. Sodium lactate is a singular compound with both ionic and dipolar

behaviour. The development of the sensor first required the broadband dielectric characterisation of these mixtures at different concentrations, highlighting a dual behaviour of the mixtures made of conductive effects at low frequencies and dipolar relaxation at microwave frequencies. Also, an important part of the work focused on the deduction of predictive models of the variations of the Cole-Cole model parameters of permittivity as a function of the solute concentration. Based on this modelling, an innovative microwave-based sensor capable of measuring solute concentrations and temperature was developed, designed and experimentally validated. The originality of this work is to give a proof of feasibility of such a dual parameter sensor, its detection capabilities being exclusively based on electrical measurements.