

**UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES**

**CONCEPTION DE CAPTEURS MICROFLUIDIQUES À RÉSONATEUR MICRO-  
ONDES IMPRIMÉS EN 3D POUR L'ANALYSE DES LIQUIDES**

**THÈSE PRÉSENTÉE  
COMME EXIGENCE PARTIELLE DU  
DOCTORAT EN GÉNIE ÉLECTRIQUE**

**PAR  
ABDELHAK HAMID ALLAH**

**AVRIL 2024**

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire, de cette thèse ou de cet essai a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire, de sa thèse ou de son essai.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire, cette thèse ou cet essai. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire, de cette thèse et de son essai requiert son autorisation.

**UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES  
DOCTORAT EN GÉNIE ÉLECTRIQUE (Ph. D.)**

**Direction de recherche :**

---

Frédéric Domingue Université du Québec à Trois-Rivières	directeur de recherche
--	------------------------

---

Guy Ayissi Eyebe Université du Québec à Trois-Rivières	codirecteur de recherche
---	--------------------------

**Jury d'évaluation :**

---

Frédéric Domingue Université du Québec à Trois-Rivières	directeur de recherche
--	------------------------

---

Guy Ayissi Eyebe Université du Québec à Trois-Rivières	codirecteur de recherche
---	--------------------------

---

Messaoud Ahmed Ouameur Université du Québec à Trois-Rivières	président du jury
---	-------------------

---

Philippe Ferrari Université Grenoble Alpes	évaluateur externe
---	--------------------

---

Dominic Deslandes École de Technologie Supérieure	évaluateur externe
--	--------------------

Thèse soutenue le 6 mars 2024

## Dédicace

*À mes chers parents, je vous aime tellement...*

## Remerciements

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers mon directeur de recherche, M. Frédéric Domingue, et mon co-directeur, M. Guy Ayissi Eyebe, pour leur précieuse expertise et leur constante disponibilité. Leurs conseils et leur confiance permanente en mes compétences ont joué un rôle essentiel dans la réussite de cette thèse.

De plus, je remercie les membres du jury, M. Messaoud Ahmed Ouameur, M. Philippe Ferrari et M. Dominic Deslandes, pour leur généreuse contribution à l'évaluation minutieuse de ma thèse. Leurs commentaires constructifs et leurs suggestions pertinentes ont grandement amélioré mon travail.

Je tiens également à exprimer ma gratitude envers mes collègues de laboratoire pour leur précieuse collaboration et leur soutien tout au long de cette recherche. Je remercie l'Université du Québec à Trois-Rivières (UQTR) de m'avoir offert cette opportunité de recherche, ainsi que le Centre National Intégré sur le Manufacturier Intelligent (CNIMI) pour leur soutien en termes de matériel et d'équipements de fabrication. D'autant plus, je suis reconnaissant envers le laboratoire de Tagnon D Missihoun pour avoir mis à ma disposition le matériel et les outils de test expérimentaux nécessaires à la réalisation de mes recherches.

Enfin, je suis profondément reconnaissant envers mes parents, mes sœurs, mes frères et mes amis, dont le soutien constant a été d'une importance capitale dans la réalisation de ce projet ambitieux. Leurs encouragements constants m'ont donné la motivation nécessaire, surtout quand j'avais des moments de doute et de difficulté.

## Résumé

Ces dernières années, les domaines de la chimie, de la biologie et de la biomédecine ont observé une demande croissante de capteurs permettant la détection et l'analyse précise des propriétés des liquides. Les capteurs microfluidiques ont été considérés comme la solution de détection la plus appropriée en raison de leur capacité à réduire le gaspillage de liquide. Ils se divisent en différentes catégories telles que les capteurs enzymatiques, chimiques, électrochimiques et électriques. Parmi eux, les capteurs basés sur des résonateurs micro-ondes sont particulièrement adaptés à la détection microfluidique. En effet, ils permettent le développement d'outils de détection qui ne nécessitent pas l'utilisation de médiateurs et de marqueurs spécifiques. De plus, ces capteurs sont non destructifs et n'exigent pas un volume de liquide important, offrant ainsi un bon rapport entre les performances et les coûts.

Ce projet de recherche présente des concepts novateurs en vue de la création de nouveaux capteurs spécialement conçus pour la détection, l'analyse et la caractérisation des liquides. Ces dispositifs sont élaborés en utilisant des structures résonantes perturbées basées sur la technologie de guide d'ondes intégré au substrat SIW (de l'anglais « Substrate-Integrated Waveguide ») et de résonateur à anneau fendu complémentaire CSRR (de l'anglais « Complementary Split Ring Resonator »). Ces structures présentent plusieurs avantages, notamment, des pertes électromagnétiques (EM) minimales, un bon facteur de qualité, une réponse de détection rapide et une grande sensibilité. En outre, ces capteurs sont fabriqués grâce à une technique novatrice d'impression 3D qui permet une production en une seule étape, ce qui est difficile à réaliser avec les technologies de fabrication classiques.

Étant donné que leur conception repose sur des structures résonantes perturbées et l'utilisation de l'impression 3D, ces dispositifs de détection se caractérisent par leur bonne sensibilité, leur réalisation en une seule étape de fabrication, ainsi que leur facilité d'intégration dans des circuits micro-ondes, qu'ils soient planaires ou non planaires.

**Mots-clés** : Capteur EM (Électromagnétique), Micro-ondes et technologies RF (Radiofréquence), Microfluidique, Résonateur, Permittivité diélectrique, Caractérisation, Impression 3D, AME (Additive Manufacturing Electronic), Glucose, Glycémie, SIW (Substrate-Integrated Waveguide), CSRR (Complementary Split Ring Resonator).

## Abstract

In recent years, the fields of chemistry, biology, and biomedical sciences have experienced a growing demand for sensors enabling the precise detection and analysis of liquid properties. Microfluidic sensors have been considered the most suitable detection solution due to their ability to reduce liquid waste. These sensors can be categorized into different types, including enzymatic, chemical, electrochemical, and electrical sensors. Among them, microwave resonator-based sensors are particularly well suited for microfluidic detection. They enable the development of detection tools that do not require specific mediators and markers. Furthermore, these sensors are non-destructive and do not require a large volume of liquid, providing a favorable trade-off between performance and cost.

This research project introduces innovative concepts to create new sensors specifically designed for detecting, analyzing, and characterizing liquids. These devices are developed using perturbed resonant structures based on Substrate-Integrated Waveguide (SIW) technology and Complementary Split Ring Resonator (CSRR). These structures offer several advantages, including minimal electromagnetic (EM) losses, a high-quality factor, rapid detection response, and high sensitivity. Furthermore, these sensors are manufactured using an innovative 3D printing technique that enables one-step production, which is challenging to achieve with traditional manufacturing technologies.

Given that their design is based on perturbed resonant structures and 3D printing, these detection devices are characterized by their high sensitivity, one-step manufacturing, and ease of integration into both planar and non-planar microwave circuits.



**Index term :** EM (Electromagnetic) Sensor, Microwave and RF (Radio Frequency) Technologies, Microfluidics, Resonator, Dielectric Permittivity, Characterization, 3D Printing, AME (Additive Manufacturing Electronic), Glucose, Glycemia, SIW (Substrate-Integrated Waveguide), CSRR (Complementary Split Ring Resonator).

## Table des matières

Dédicace.....	iii
Remerciements.....	iv
Résumé.....	v
Abstract.....	vii
Table des matières.....	ix
Liste des tableaux.....	xv
Liste des figures.....	xvii
Liste des abréviations, sigles et acronymes.....	xx
Chapitre 1 - Introduction.....	1
1.1 Mise en contexte.....	1
1.2 Problématique de recherche.....	4
1.3 Objectifs de la recherche et contributions.....	11
1.3.1 Objectifs de la recherche.....	11
1.3.2 Principales contributions scientifiques.....	13
1.3.3 Publications publiées ou acceptées.....	14
1.3.4 Publications en cours ou à venir.....	15
1.4 Originalité de la recherche.....	15
1.5 Méthodologie de la recherche.....	16

1.5.1	Diagramme de la méthodologie.....	16
1.5.2	Étapes de la méthodologie.....	16
1.6	Organisation de la thèse.....	18
Chapitre 2 - État de l'art des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes		
	pour l'analyse des liquides.....	20
2.1	Classification des capteurs micro-ondes pour les liquides.....	20
2.1.1	Classification des capteurs micro-ondes.....	20
2.1.2	Comparaison des capteurs micro-ondes.....	27
2.2	Classification des capteurs à résonateur micro-ondes pour liquides...	27
2.2.1	Classification par structure résonante.....	28
2.2.2	Classification par fréquence de fonctionnement.....	28
2.2.3	Classification par principe fonctionnement.....	29
2.2.4	Classification par application.....	31
2.2.5	Classification par technique de fabrication.....	31
2.2.6	Exemple de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes	
	32	
2.3	Techniques d'optimisation des performances.....	34
2.3.1	Couplage des résonateurs.....	34
2.3.2	Conteneur d'échantillons intégré au substrat.....	35
2.3.3	Optimisation de la structure résonante.....	35

2.4 Perspectives et défis ouverts.....	36
Chapitre 3 - Conceptions des capteurs microfluidiques à résonateur micro-	
ondes pour l'analyse des liquides.....	38
3.1 Conception des capteurs.....	38
3.1.1 Conception générale des structures.....	38
3.1.2 Conception spécifique des structures.....	40
3.2 Principe de fonctionnement et optimisation des performances.....	41
3.2.1 Principe de fonctionnement général .....	41
3.2.2 Principe de fonctionnement spécifique.....	44
3.2.3 Analyse de la sensibilité de détection .....	47
3.3 Technique d'impression 3D et l'assemblage de capteurs .....	52
3.3.1 Système d'impression.....	52
3.3.2 Matériel d'impression et propriétés.....	53
3.3.3 Procédure et spécifications d'impression .....	55
3.3.4 Assemblage de capteurs.....	57
3.4 Mesures expérimentales .....	58
3.4.1 Préparations d'échantillons.....	58
3.4.2 Préparation de la configuration de mesure .....	60
3.4.3 Prise de mesure .....	61
3.5 Modèles mathématiques de détection et performances .....	62

3.5.1	Modèles mathématiques de détection .....	62
3.5.2	Analyse de performances de détection .....	66
Chapitre 4 - Résultats de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes		
	réalisés pour l'analyse des liquides .....	71
4.1	Capteur microfluidique à résonateur SIW pour l'analyse de liquide	
	binaire d'eau-éthanol .....	71
4.1.1	Prototype du capteur .....	71
4.1.2	Résultats expérimentaux .....	72
4.1.3	Caractérisation de la permittivité et modèle de détection.....	75
4.2	Capteur microfluidique à résonateur SIW pour la détection du glucose	
	76	
4.2.1	Prototype du capteur .....	76
4.2.2	Résultats expérimentaux .....	77
4.2.3	Détermination de la concentration et modèle de détection.....	79
4.3	Capteur microfluidique à résonateur CSRR optimisé pour l'analyse de	
	liquide binaire d'eau-éthanol .....	82
4.3.1	Prototype du capteur .....	82
4.3.2	Résultats expérimentaux .....	82
4.3.3	Caractérisation de la permittivité et modèle de détection.....	84

4.4	Capteur microfluidique à résonateur SIW optimisé pour la détection du glucose.....	86
4.4.1	Prototype du capteur .....	86
4.4.2	Résultats expérimentaux .....	87
4.4.3	Détermination de la concentration et modèle de détection.....	90
4.5	Capteur microfluidique à résonateur SIW optimisé pour l'analyse de liquide binaire d'eau-éthanol .....	95
4.5.1	Prototype du capteur .....	95
4.5.2	Résultats expérimentaux .....	95
4.5.3	Caractérisation de la permittivité et modèle de détection.....	96
4.6	Comparaison des performances des capteurs.....	98
4.6.1	Caractérisation de la permittivité complexe .....	100
4.6.2	Détermination de la concentration de glucose .....	102
Chapitre 5 - Conclusion et perspectives des futurs travaux .....		105
5.1	Conclusions .....	105
5.2	Perspectives .....	107
5.2.1	Structures résonantes .....	107
5.2.2	Mesures et performances .....	108
5.2.3	Développement de l'électronique associée.....	109
Références.....		110

Annexe A – Fully 3D-printed Microfluidic Sensor Using Substrate Integrated Waveguide Technology for Liquid Permittivity Characterization .....	131
Annexe B – Fully 3D-printed Microfluidic Substrate Integrated Waveguide based Sensor for in Vitro Diagnostics of Diabetes .....	132
Annexe C – Fully Additive and Ultrahigh-Sensitivity CSRR based Microwave Sensor for Liquid Mixtures Permittivity Measurement.....	133
Annexe D – Improved fully 3D-printed SIW-based Sensor for Non-invasive Glucose Measurement .....	134
Annexe E – Improved Fully 3D-printed Substrate-Integrated Waveguide Sensor for Liquid Mixtures Characterization .....	135

## Liste des tableaux

Tableau 1-1	Méthodologie en cinq étapes.....	16
Tableau 2-1	Classification des capteurs micro-ondes pour liquides .....	20
Tableau 2-2	Comparaison qualitative de la classification des techniques micro-ondes .....	26
Tableau 2-3	Classification des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour liquides.....	27
Tableau 2-4	Exemples des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour la caractérisation de la permittivité complexe des liquides	32
Tableau 2-5	Exemples des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour la détection de la concentration de glucose dans des solutions aqueuses .....	33
Tableau 2-6	Synthèse qualitative de la classification des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour liquides .....	33
Tableau 3-1	Dimensions en (mm) des structures de résonateur micro-ondes étudiés.....	39
Tableau 3-2	Propriété diélectrique et conductrice des structures de résonateur micro-ondes étudiés.....	55
Tableau 3-3	Spécifications d'impression .....	57
Tableau 4-1	Comparaison de la permittivité complexe prédite et réelle.....	74
Tableau 4-2	Comparaison de la concentration de glucose prédite et réelle ...	80
Tableau 4-3	Comparaison de la permittivité complexe prédite et réelle.....	85
Tableau 4-4	Comparaison de la concentration de glucose prédite et réelle pour le capteur standard .....	92
Tableau 4-5	Comparaison de la concentration de glucose prédite et réelle pour le capteur optimisé .....	93
Tableau 4-6	Comparaison de la permittivité complexe prédite et réelle.....	97



Tableau 4-7	Comparaison des capteurs proposés avec les capteurs de la littérature pour la caractérisation de la permittivité complexe des liquides .....	101
Tableau 4-8	Comparaison des capteurs proposés avec les capteurs de la littérature pour la détermination de la concentration de glucose dans les liquides.....	103

## Liste des figures

Figure 2.1	Classification des techniques de capteurs micro-ondes (a) NRW (b) sonde coaxiale (c) espace libre .....	21
Figure 3.1	Représentation 3D de (a) structure (A), (b) structure (B), et (c) structure (C) de résonateur à micro-ondes étudiés .....	38
Figure 3.2	Distribution d'amplitude du champ E total de (a) structure (A), (b) structure (B), et (c) structure (C) de résonateur à micro-ondes étudiés.....	42
Figure 3.3	Décalage de fréquence relative pour (a) le diamètre et (b) la hauteur du conteneur d'échantillons de la structure (A).....	48
Figure 3.4	Décalage de fréquence relative pour (a) la largeur et (b) la hauteur du conteneur d'échantillons de la structure (B) .....	49
Figure 3.5	Décalage de fréquence relative pour (a) la largeur et (b) la hauteur du conteneur d'échantillons de la structure (C) .....	50
Figure 3.6	Distribution d'amplitude du champ E total à l'intégration du conteneur d'échantillons (a) structure (A), (b) structure (B), et (c) structure (C) standard, (d) structure (C) optimisée de résonateur à micro-ondes étudiés.....	52
Figure 3.7	Système d'impression 3D.....	53
Figure 3.8	Propriété diélectrique et conductrice des encres .....	54
Figure 3.9	(a) Procédure, (b) principe de fonctionnement, et (c) processus d'impression 3D.....	56
Figure 3.10	Schéma illustratif de la configuration de mesure de (a) la structure (A), (b) la structure (B), et (c) la structure (C).....	61
Figure 4.1	(a) Prototype de la structure (A) (b) configuration de mesure ...	71
Figure 4.2	Réponses de réflexion mesurées $S_{11}$ (a) à vide (b) pour différentes fractions volumiques d'éthanol dans l'eau. ....	72
Figure 4.3	(a) Mesure de la fréquence de résonance et de l'atténuation maximale (b) prédiction de la permittivité complexe en fonction des fractions volumiques d'éthanol .....	73

Figure 4.4	Configuration pour la détermination de la concentration de glucose.....	76
Figure 4.5	Réponses de réflexion mesurées $S_{11}$ en fonction de la fréquence pour les concentrations de glucose testées $G_{con}$ .....	77
Figure 4.6	(a) Décalage de l'atténuation maximale mesurée $\Delta S_{11}$ en fonction de la concentration de glucose testée $G_{con}$ (b) Grille d'erreur de Clarke obtenue à partir des concentrations de glucose testées .....	78
Figure 4.7	(a) Prototype de la structure (B) du résonateur CSRR (b) configuration de mesure .....	82
Figure 4.8	Réponses de transmission $S_{21}$ à vide .....	83
Figure 4.9	(a) Réponses de transmission mesurées $S_{21}$ de la calibration (b) fréquence de résonance et atténuation maximale correspondantes .....	84
Figure 4.10	(a) Réponses de transmission mesurées $S_{21}$ de la validation (b) fréquence de résonance et atténuation maximale correspondantes .....	85
Figure 4.11	Prédiction de la permittivité complexe de la validation .....	86
Figure 4.12	(a) Prototype du capteur SIW standard et (b) capteur optimisé (c) zoom sur le capteur standard et (d) sur le capteur optimisé, (e) configuration de mesure .....	87
Figure 4.13	Comparaison des réponses de réflexion $S_{11}$ .....	88
Figure 4.14	Réponses de réflexion mesurées $S_{11}$ du capteur standard en fonction de la fréquence pour les concentrations de glucose testées $G_{con}$ (a) hypoglycémie, (b) normoglycémie et (c) hyperglycémie .....	89
Figure 4.15	Réponses de réflexion mesurées $S_{11}$ du capteur optimisé en fonction de la fréquence pour les concentrations de glucose testées $G_{con}$ (a) hypoglycémie, (b) normoglycémie et (c) hyperglycémie .....	90
Figure 4.16	Décalage de la fréquence de résonance mesuré $\Delta f_r$ pour (a) le capteur standard et (b) le capteur optimisé en fonction des concentrations de glucose testées $G_{con}$ .....	91

Figure 4.17	Grille d'erreur de Clarke obtenue à partir des concentrations de glucose testées pour (a) le capteur standard et (b) le capteur optimisé .....	94
Figure 4.18	(a) Réponses de transmission mesurées $S_{11}$ (b) fréquence de résonance et atténuation maximale correspondantes.....	96
Figure 4.19	Prédiction de la permittivité complexe.....	98

## Liste des abréviations, sigles et acronymes

<b>Symboles</b>	<b>Description</b>	<b>Unité</b>
$E$	Champ électrique	V/m
$\mu, H$	Champ magnétique	A/m
$f_r$	Fréquence de résonance	GHz
$\Delta f_r$	Décalage de fréquence de la résonance	MHz
$V_{LUT}$	Volume du liquide testé	$\mu\text{L}$
$G_{con}$	Concentration du glucose	mg/dL
$\sigma_{cond}$	Conductivité	S/m
$S$	Sensibilité	MHz/(mg/dL) ou dB/(mg/dL)
$S_{avg}$	Sensibilité moyenne	%
$\epsilon_r$	Permittivité relative complexe	
UQTR	Université du Québec à Trois-Rivières	
CNIMI	Centre National Intégré du Manufacturier Intelligent	
SIW	De l'anglais « Substrate-Integrated Waveguide »	
SRR	De l'anglais « Split Ring Resonator »	
CSRR	De l'anglais « Complementary Split Ring Resonator »	
EM	Électromagnétique	
MUT	De l'anglais « Material Under Test »	
LUT	De l'anglais « Liquid Under Test »	
PCB	De l'anglais « Printed Circuit Board »	
CNC	De l'anglais « Computer Numerical Control »	

LTCC	De l'anglais « Low Temperature Co-fired Ceramic »
AME	De l'anglais « Additive Manufacturing Electronic »
SLA	De l'anglais « Stereolithography »
SLS	De l'anglais « Selective Laser Sintering »
FDM	De l'anglais « Fused Deposition Modeling »
DLP	De l'anglais « Digital Light Processing »
PJ	De l'anglais « Polymer Jetting »
SMA	De l'anglais « Sub-Miniature Version A »
NRW	De l'anglais « Nicolson-Ross-Weir »
CPW	De l'anglais « Coplanar Waveguide Resonator »
IDC	De l'anglais « Interdigital Capacitor »
UHF	De l'anglais « Ultra High Frequency »
HFSS	De l'anglais « High-Frequency Structure Simulator »
CMC	De l'anglais « Canadian Microelectronic Corporation »
VNA	De l'anglais « Vector Network Analyzer »
SLOT	De l'anglais « Short-Load-Open-Through »
OSL	De l'anglais « Open-Short-Load »
SF	De l'anglais « Sweep Frequency »
SD	De l'anglais « Standard Deviation »
SW	De l'anglais « Slow Wave »

# Chapitre 1 - Introduction

## 1.1 Mise en contexte

La détection, l'analyse et la caractérisation des propriétés d'une substance, qu'elle soit solide, liquide ou sous forme de mélange binaire de liquides, représentent l'un des domaines les plus dynamiques de la recherche en science des matériaux. Cette situation est motivée par la demande croissante d'applications industrielles d'importance significative, telles que le contrôle de la qualité dans l'industrie alimentaire, les secteurs biologiques et biomédicaux. La détermination précise de ces propriétés permet aux ingénieurs et aux scientifiques de mieux comprendre et d'utiliser les matériaux de manière optimale pour des applications plus efficaces.

Selon le domaine d'application, une grande variété de capteurs classique pour la détection, l'analyse et la caractérisation des liquides sont proposées sur le marché. La plupart d'entre eux sont basés sur des principes de détection qui nécessitent souvent l'utilisation d'un grand volume de liquide. Pour résoudre le problème du gaspillage de liquide, des dispositifs microfluidiques qui manipulent des échantillons chimiques ou biologiques de l'ordre du nano- ou du microvolume ont été envisagés [1]. L'intégration de ces dispositifs microfluidiques avec d'autres technologies de détection permet de créer des plateformes de détection fiables et autonomes avec une sensibilité, une sélectivité et une reproductibilité élevées. Les capteurs microfluidiques les plus fiables et les plus utilisés aujourd'hui sont : capteurs enzymatiques, capteurs chimiques et électrochimiques ainsi que capteurs optiques

Cependant, les capteurs microfluidiques basés sur les classifications ci-dessus présentent des inconvénients importants, notamment leur sensibilité à la température et à certains facteurs environnementaux. Ils font appel à des technologies destructives et invasives utilisant des médiateurs et des marqueurs spécifiques, tels que la coloration des cellules, qui peuvent détruire et contaminer chimiquement l'échantillon liquide analysé [2-4]. De plus, ils impliquent également des principes de détection qui ne peuvent pas pénétrer tous les matériaux, comme la lumière [5]. Cette limitation restreint leurs champs d'application ainsi que la possibilité de réutiliser les échantillons liquides, entraînant un gaspillage notable, particulièrement dans le domaine des applications biologiques et biomédicales où la quantité d'échantillons disponible et sa réutilisabilité sont des facteurs critiques, ce qui induit des coûts supplémentaires. Il est donc évident que le coût d'utilisation des capteurs est un élément crucial déterminant leur valeur globale.

Par conséquent, l'une des solutions les plus prometteuses actuellement est l'utilisation de capteurs microfluidiques électriques basés sur la technologie des micro-ondes. Cette approche présente plusieurs avantages, notamment un principe de fonctionnement simple basé sur l'interaction entre les micro-ondes en tant que mécanisme de détection et le matériau à analyser MUT (de l'anglais « Material Under Test ») en tant que grandeur mesurée. Cette interaction peut entraîner une variation de la réponse mesurée du capteur, se manifestant sous différentes formes telles que la réflexion, la transmission, la diffusion, l'émission, l'absorption, le changement de phase et d'amplitude [6].

Les avantages qui justifient l'utilisation des capteurs à micro-ondes sont nombreux et peuvent être mentionnés dans la liste non limitative suivante [7]:



- En raison de leur principe de fonctionnement, le contact physique avec les MUTs n'est pas nécessaire et les mesures sans fil sont possibles [8];
- À l'exception des matériaux métalliques, les micro-ondes ont la capacité de pénétrer tous les autres MUTs (p. ex, liquides, poudres, etc.) [9]. Par conséquent, il est possible de recueillir des informations sur leurs propriétés caractéristiques telles que la permittivité relative complexe, le volume, la concentration, etc.;
- Les dispositifs micro-ondes sont non destructifs [10] et n'exigent pas l'utilisation de marqueurs ni de médiateurs chimiques pour la détection sélective des propriétés des MUTs;
- Les dispositifs micro-ondes sont robustes face aux changements environnementaux tels que la lumière, la température, l'humidité, les radiations, etc. [11];
- L'utilisation de micro-ondes est considérée comme sûre et n'a pas d'impact sur les MUTs dans les limites d'exposition recommandées par les normes de sécurité en vigueur [12].

Ainsi, les capteurs à micro-ondes se positionnent comme les plus adaptés pour la détection de liquides en termes de coût et de performance. Dans ce cadre, l'objectif de cette thèse est de développer des capteurs microfluidiques basés sur la technologie micro-ondes avec une orientation vers la détection, l'analyse et la caractérisation des mélanges binaires de liquides. Cela inclut la détermination de la permittivité relative complexe et de la concentration.

## 1.2 Problématique de recherche

À la différence des technologies classiques de capteurs microfluidiques, les dispositifs basés sur la technologie des micro-ondes fonctionnent grâce aux champs EMs à des fréquences de 300 MHz à la gamme térahertz [13]. Ils présentent plusieurs avantages en termes de facilité de mise en œuvre des techniques de mesure et d'instrumentation, ainsi que de bonnes performances en matière de sensibilité, de précision, de sélectivité, de plage dynamique de détection, de répétabilité et de reproductibilité, tout en consommant peu d'énergie et en ayant un coût réduit. En conséquence, ces capteurs sont devenus extrêmement populaires pour la conception de systèmes de détection destinés à l'analyse et à la caractérisation des liquides, suscitant un vif intérêt au sein des milieux universitaires et industriels.

Différentes technologies de capteurs microfluidiques à micro-ondes ont été développées au cours de la dernière décennie. Certains de ces types sont bien établis, tandis que d'autres sont émergents [14]. Les technologies micro-ondes les plus utilisées peuvent être classées en quatre catégories courantes [6, 15] : les lignes de transmission/réflexion (T/R) [16], l'espace libre [17], les sondes coaxiales à extrémité ouverte [18] et les résonateurs [17]. Ces derniers sont conçus pour une réponse fréquentielle relative en fonction des changements dans les propriétés du MUT [19]. Ils jouent un rôle clé dans les applications microfluidiques [6] et suscitent beaucoup d'attention en raison de leur capacité à détecter de petits volumes de liquide, de leur compatibilité avec les procédés soustractifs et additifs tels que l'impression 3D [20], ainsi que d'autres technologies telles que la microfluidique [21]. De plus, ils offrent la possibilité d'intégrer l'électronique associée dans le même substrat diélectrique, d'intégrer des capteurs implantés et portables [22], et sont compatibles avec diverses techniques de

mesure, qu'elles soient *ex vivo*, *in vivo* ou non invasives [23]. En outre, ces technologies se distinguent par leur précision et leurs performances élevées par rapport aux autres techniques de détection [6].

Les capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes peuvent être classés selon différents facteurs, notamment leur structure résonante, leur fréquence, leur principe de fonctionnement, ainsi que leur application et leur technique de fabrication.

Les capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes trouvent de larges applications, plus précisément, dans la détection non destructive et la caractérisation de la permittivité complexe des mélanges binaires des LUTs (de l'anglais « Liquid Under Test »). Ils permettent cette caractérisation sans recourir à un équipement coûteux et avec une utilisation minimale de liquide. À cet égard, certains chercheurs ont réalisé des expériences en combinant diverses proportions d'eau et d'éthanol [24-27], d'eau et de méthanol [15], d'eau et d'acétone [28], ainsi que d'alcool [29]. D'autres ont testé différents liquides purs tels que l'eau, l'éthanol, le méthanol [25, 26, 29], l'acétone [28, 30], l'essence [31], l'isopropanol [30], le benzène, l'acétate d'éthyle, l'hexane, le pentane [32], le chloroforme [26], le soja, le thé au citron, le Nescafé et le Kickapoo [33].

D'autre part, de nombreuses études ont été réalisées en utilisant des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour la surveillance du taux de glucose. Cette approche est motivée par la capacité de ces capteurs à mesurer les propriétés diélectriques des liquides biologiques tels que le sang ou des solutions imitant le sang. En effet, les méthodes de surveillance courantes du glucose sont destructives et impliquent des équipements coûteux pour évaluer la concentration de glucose, ce qui rend les capteurs micro-ondes prometteurs pour des applications non invasives [34-40].

Une approche relativement nouvelle dans la conception de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes repose sur l'utilisation de différentes structures résonantes. Parmi ces structures, le résonateur LC [24, 41], les SIWs [25, 42], ainsi les SRRs et leurs complémentaires CSRRs [24, 43] sont utilisés. Les SIWs et CSRRs sont les plus couramment adoptées dans cette approche. Ils offrent la possibilité de créer des structures planaires et non planaires, une réponse de détection rapide, des pertes EMs faibles et une bonne isolation EM, ce qui facilite leur intégration avec d'autres composants. De plus, ces résonateurs ont démontré un excellent facteur de qualité et de bonnes performances, tout en offrant un potentiel de miniaturisation.

Les capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes exploitent des structures résonantes qui interagissent avec les propriétés diélectriques des LUTs lorsqu'ils entrent en contact ou se trouvent à proximité de la zone sensible du capteur. Ces interactions se produisent à travers le champ électrique ( $E$ ). Les variations de propriétés telles que la permittivité, la perméabilité et la conductivité de ces LUTs affectent la réponse mesurée du capteur, y compris les caractéristiques de résonance telles que la fréquence, l'amplitude et le facteur de qualité. Ces variations sont ensuite utilisées comme signature pour détecter et caractériser les différents liquides [44].

Afin d'optimiser les performances des capteurs de manière générale, il est essentiel de maximiser leur sensibilité, qui constitue le paramètre d'évaluation le plus crucial pour détecter de petites variations des propriétés diélectriques des LUTs. Cependant, la littérature indique que deux facteurs peuvent influencer la sensibilité.

Le premier facteur à considérer est l'impact des effets parasites dans la zone sensible des capteurs. Ces effets résultent d'interactions indésirables, que ce soit entre les parties internes

des structures résonantes des capteurs ou entre ces structures résonantes et leur environnement. Ils incluent l'influence environnementale, telle que la variation de température, d'humidité et de pression atmosphérique, pouvant entraîner des erreurs de mesure. Les interférences EMs provenant d'objets conducteurs à proximité ou émanant des différentes parties internes des structures résonantes peuvent également perturber les mesures. Ces effets se traduisent par des phénomènes capacitifs et inductifs, altérant la réponse caractéristique du capteur. Les effets parasites se manifestent principalement lorsque des champs E s'accumulent entre les différentes parties des structures résonantes ou entre ces structures et les objets environnants, provoquant des perturbations qui affectent les caractéristiques de résonance du capteur, entraînant ainsi des décalages indésirables et compromettant sa sensibilité.

Le deuxième facteur concerne la faible interaction du champ E avec les LUTs dans la zone sensible. Cela se produit lorsque le champ E interagit de manière limitée avec les propriétés diélectriques du LUT dans la zone sensible. Plusieurs raisons peuvent contribuer à cette faible interaction, telles qu'une permittivité relativement faible du LUT ou une conductivité très élevée, ce qui réduit cette interaction. De même, une grande distance entre les structures résonantes du capteur et le LUT peut également entraîner une interaction réduite du champ E. Cette faible interaction peut avoir un impact négatif sur les performances du capteur, car elle peut provoquer des décalages inattendus dans les caractéristiques de résonance mesurées. Par conséquent, il devient difficile de détecter précisément les variations des propriétés diélectriques du LUT.

Afin de réduire ces effets parasites et d'améliorer l'interaction du champ E avec le LUT dans la zone sensible, différentes approches peuvent être adoptées. Selon la littérature [45],

ces approches peuvent inclure l'optimisation de la conception des structures résonantes, leur géométrie, leur principe de fonctionnement et même les matériaux utilisés. De plus, des améliorations peuvent être apportées au conteneur d'échantillons, notamment son emplacement, son volume ou ses matériaux, ce qui améliore la sensibilité et la précision du capteur. Malgré les efforts de recherche pour optimiser ces paramètres, la sensibilité demeure un axe crucial d'amélioration pour les performances générales des capteurs.

Les capteurs à résonateur micro-ondes SIW et CSRR sont couramment réalisés sur des cartes de circuits imprimés appelées PCB (de l'anglais « Printed Circuit Board ») [6]. L'intégration des conteneurs d'échantillons dans ces résonateurs permet la conception de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes, offrant ainsi une méthode efficace de mesure. Différents matériaux, tels que le PDMS (polydiméthylsiloxane) [46], le plastique [47, 48] et le verre [49], sont utilisés pour la fabrication de ces conteneurs d'échantillons. Ces conteneurs peuvent prendre la forme de canaux microfluidiques en PDMS [21, 25] et en plastique [41], de capillaires microfluidiques [50], de micropuits en plastique [51-54], ainsi que de tubes en plastique [55] et en verre [49]. Cependant, la technologie PCB n'est pas toujours adaptée au développement de capteurs microfluidiques efficaces et robustes en raison de l'utilisation d'outils commerciaux pour la microfabrication [56] et du micro-usinage CNC (de l'anglais « Computer Numerical Control ») [57] nécessaires à la fabrication des conteneurs d'échantillons pour la plupart des capteurs PCBs. Cette technique implique plusieurs étapes de post-traitement, telles que le perçage, le collage, l'alignement et le revêtement [58], ce qui entraîne une augmentation des coûts, complexifie et ralentit la fabrication des capteurs, notamment pour une production à grande échelle. Par conséquent, il arrive parfois qu'elle ne réponde pas parfaitement aux exigences de performances des

applications de détection en raison des pertes dues à l'assemblage et à l'intégration des capteurs.

Une autre méthode utilisée pour fabriquer des dispositifs microfluidiques à des résonateurs SIWs et CSRRs repose sur la technologie céramique à co-cuisson à basse température LTCC (de l'anglais « Low Temperature Co-fired Ceramic »). Les rubans LTCCs provenant de différents fabricants sont utilisés [59], et un laser est employé pour créer les conteneurs microfluidiques, qui se présentent généralement sous la forme de microcanaux [60, 61]. Le processus comprend le laminage et le frittage des rubans LTCCs dans un four, en suivant un profil thermique spécifique. Avant la cuisson, les rubans LTCCs non cuits sont flexibles et peuvent être découpés en différentes formes géométriques. Cependant, la technologie LTCC présente certaines limitations qui nécessitent des étapes de post-traitement. En raison de son manque de transparence, il est nécessaire de réaliser une liaison avec des matériaux transparents tels que le PDMS [62] ou le verre [63]. De plus, pendant le processus de laminage ou de frittage, les conteneurs d'échantillons peuvent subir des changements de forme, de dimensions ou même être obstrués, ce qui limite la flexibilité de conception et peut avoir un impact sur les performances. Par conséquent, il est nécessaire d'explorer une technique de fabrication permettant de produire le capteur en une seule étape tout en garantissant des performances élevées.

Afin de relever les défis de fabrication mentionnés précédemment, les scientifiques font de plus en plus appel à l'impression 3D, également connue sous le nom de fabrication additive électronique AME (de l'anglais « Additive Manufacturing Electronic »). Cette méthode permet de produire des formes complexes qui sont difficiles à réaliser avec les méthodes de fabrication traditionnelles telles que PCBs et LTCCs [64-66]. En outre, elle facilite la mise

en œuvre de nouvelles structures de capteurs et de techniques d'optimisation des performances. Les récents progrès de la technologie d'impression 3D ont donné lieu à l'émergence d'une nouvelle génération de techniques et de matériaux basés sur l'impression à jet d'encre piézogoutte à la demande [44]. Contrairement aux technologies d'impression 3D conventionnelles telles que la stéréolithographie SLA (de l'anglais « Stereolithography ») [67], le frittage sélectif par laser SLS (de l'anglais « Selective Laser Sintering ») [68], la modélisation par dépôt fondu FDM (de l'anglais « Fused Deposition Modeling ») [69], le traitement numérique de la lumière DLP (de l'anglais « Digital Light Processing ») [70], et le jet de polymères PJ (de l'anglais « Polymer Jetting») [66], qui présentent des limites dans la fabrication de circuits micro-ondes entièrement intégrés en utilisant simultanément deux matériaux. Cette nouvelle technique offre une plus grande liberté de conception. Les avantages de cette approche peuvent être énumérés de manière non exhaustive comme suit :

- L'impression 3D optimise le développement de structures en réduisant les ressources et le temps nécessaires. Cette technologie rend la personnalisation accessible à tous, favorise l'innovation et facilite l'exploration de nouvelles idées;
- La technologie offre la possibilité de produire en 3D simultanément des capteurs, combinant éléments conducteurs et diélectriques. Cela simplifie la création de structures complexes, incluant des interconnexions, vias métalliques, trous traversants, et géométries variées, encourageant l'émergence de designs innovants;
- La technologie améliore la flexibilité dans le prototypage, permettant une sélection aisée des dimensions et l'application des nouvelles techniques d'optimisations de performances pour répondre aux exigences de performance et aux besoins spécifiques en détection;



- En éliminant le besoin d'outils et de moules de fabrication utilisés dans les fabrications conventionnelles, cette technique peut réduire les coûts de production et accélérer le développement de nouvelles structures;
- Les étapes de post-traitement, largement répandues dans les techniques de fabrication conventionnelles comme le PCB, la LTCC et la 3D, notamment le perçage, le collage et le revêtement, peuvent être éliminées. Cette suppression réduit les pertes liées à l'assemblage et à l'intégration, rendant le processus de production globalement moins coûteux, plus direct et facilitant la fabrication en grande série;
- Utiliser seulement les matériaux nécessaires minimise les déchets et les coûts associés à l'impression 3D conventionnelle, rendant la production plus écologique et économique;
- Comparée aux méthodes conventionnelles telles que les PCBs, LTCCs, et les techniques classiques d'impression 3D, qui nécessitent souvent des outils produisant des résidus chimiques, cette technologie d'impression 3D est plus respectueuse de l'environnement. Elle évite l'émission de substances nocives lors des procédés.

### **1.3 Objectifs de la recherche et contributions**

#### *1.3.1 Objectifs de la recherche*

##### *1.3.1.1 Objectif principal*

L'objectif principal de ce projet de recherche consiste à développer de nouveaux capteurs microfluidiques entièrement imprimés en 3D, exploitant des résonateurs micro-ondes, afin de permettre la détection, l'analyse et la caractérisation de liquides chimiques, biologiques ou biomédicaux. Cette avancée novatrice sera mise en œuvre en utilisant des structures

résonantes basées sur les technologies SIWs et CSRRs. Ces structures sont conçues en utilisant l'impression 3D, offrant ainsi une opportunité unique de créer des dispositifs de bonne sensibilité de détection. De plus, ces capteurs peuvent être facilement intégrés dans des circuits micro-ondes planaires et non planaires.

### *1.3.1.2 Sous-objectifs*

L'accomplissement de l'objectif principal nécessite la réalisation des sous-objectifs suivants:

- Le premier sous-objectif consiste à concevoir et à fabriquer de nouvelles structures innovantes de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes, entièrement réalisées par impression 3D. Cette étape vise à développer des structures de capteurs spécifiquement conçues pour répondre aux besoins de détection, d'analyse et de caractérisation des liquides chimiques, biologiques, ou biomédicaux;
- Le deuxième sous-objectif porte sur la démonstration et l'exploitation des avantages issus des nouvelles conceptions et de la technologie d'impression 3D pour les capteurs microfluidiques. Cela comprend une analyse approfondie des caractéristiques et des performances des capteurs imprimés en 3D, ainsi qu'une comparaison avec d'autres méthodes de fabrication traditionnelles;
- Le troisième sous-objectif a pour but de développer des méthodes d'optimisation de la sensibilité des capteurs imprimés. Cette étape consiste à améliorer les performances de détection des capteurs en mettant au point des stratégies d'optimisation permettant d'augmenter leur sensibilité.

### *1.3.2 Principales contributions scientifiques*

Pour répondre aux objectifs de la thèse présentée, deux volets distincts de contributions scientifiques sont proposés. Le premier volet se concentre principalement sur une série d'études théoriques, comprenant l'examen de l'état de l'art des capteurs, des techniques de fabrication utilisées, le développement de modèles mathématiques pour le fonctionnement et la détection des capteurs, ainsi que des outils et des méthodes d'optimisation. Ces études ont permis d'approfondir la compréhension du comportement du champ E dans les zones sensibles des structures résonantes SIWs et CSRRs, ainsi que d'optimiser leur utilisation en tant que dispositifs de détection.

Le second volet, axé sur l'expérimental, s'appuie sur les conclusions théoriques avancées dans le premier volet pour concevoir des dispositifs fonctionnels capables de détecter et de caractériser divers types de liquides.

Les principaux apports de cette recherche sont déterminés par l'exploration de trois structures de capteurs microfluidiques exploitant des résonateurs micro-ondes pour les liquides. Elle met particulièrement l'accent sur la détection et la caractérisation de la permittivité complexe d'un mélange binaire d'eau-éthanol, ainsi que sur la détection et la caractérisation du glucose dans des solutions aqueuses destinées aux personnes diabétiques. Ces contributions se divisent comme suit :

- La première contribution consiste en une structure (A) novatrice de capteur microfluidique qui intègre un résonateur multicouche SIW avec un conteneur d'échantillons sous la forme d'un micropuits circulaire. Cette conception a été spécifiquement élaborée dans le but de répondre au premier et deuxième sous-objectif de la sous-section précédente;

- La deuxième contribution réside dans une structure (B) innovante de capteur microfluidique qui utilise un résonateur multicouche CSRR avec un conteneur d'échantillons sous la forme d'un micropuits rectangulaire. Cette configuration a été développée pour satisfaire le premier, deuxième et troisième sous-objectif de la sous-section précédente;
- Enfin, la troisième contribution repose sur une structure (C) novatrice de capteur microfluidique qui intègre un résonateur multicouche SIW avec un conteneur d'échantillon optimisé sous la forme d'un micropuits circulaire. Cette conception a été réalisée dans le but de s'aligner sur les premier, deuxième et troisième sous-objectifs de la sous-section précédente.

### 1.3.3 Publications publiées ou acceptées

#### 1.3.3.1 Articles de journaux

- **A. Hamid Allah**, G. A. Eyebe, and F. Domingue, " Fully 3D-Printed Microfluidic Sensor Using Substrate Integrated Waveguide Technology for Liquid Permittivity Characterization," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 11, pp. 10541-10550, June 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3170507.

#### 1.3.3.2 Articles de conférences

- **A. Hamid Allah**, G. A. Eyebe, and F. Domingue, " Fully 3D-printed Microfluidic Substrate Integrated Waveguide based Sensor for in Vitro Diagnostics of Diabetes," *53rd European Microwave Conference (EuMC)*, 19-21 Sept. 2023, pp. 560-563, doi: 10.23919/EuMC58039.2023.10290694.

### 1.3.4 Publications en cours ou à venir

#### 1.3.4.1 Articles de journaux

- **A. Hamid Allah**, G. A. Eyebe, and F. Domingue, " Fully Additive and Ultrahigh-Sensitivity CSRR based Microwave Sensor for Liquid Mixtures Permittivity Measurement," *Revue ciblée Advanced Materials Technologies*.
- **A. Hamid Allah**, G. A. Eyebe, and F. Domingue, " Improved Fully 3D-printed SIW-based Sensor for Non-invasive Glucose Measurement," *Revue ciblée IEEE Sensors Journal*.

#### 1.3.4.2 Articles de conférences

- **A. Hamid Allah**, G. A. Eyebe, and F. Domingue, " Improved Fully 3D-printed Substrate-Integrated Waveguide Sensor for Liquid Mixtures Characterization," *Conférence ciblée 2024 IEEE MTT-S International Conference on Numerical Electromagnetic and Multiphysics Modeling and Optimization (NEMO'2024)*.

## 1.4 Originalité de la recherche

L'originalité et l'innovation de cette thèse résident dans la combinaison de deux éléments clés : l'utilisation de nouvelles structures résonantes pour la détection, l'analyse et la caractérisation des liquides, ainsi que l'application d'une technique d'impression 3D novatrice pour la fabrication. Cette approche permet la création des premiers systèmes de détection microfluidique à résonateur micro-ondes entièrement réalisés par impression 3D, qui n'ont pas encore été documentés dans la littérature scientifique. Ces systèmes démontrent un potentiel prometteur pour simplifier les processus de fabrication conventionnels tout en offrant de bonnes performances.

## 1.5 Méthodologie de la recherche

### 1.5.1 Diagramme de la méthodologie

Pour atteindre les objectifs fixés et résoudre la problématique posée de manière adéquate, le projet s'appuie sur une approche innovante et structurée en plusieurs étapes. Le processus de développement des capteurs à travers ces étapes est illustré dans le tableau 1-1.

Tableau 1-1 Méthodologie en cinq étapes

<b>Étape 1.</b>	Conception de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes <ul style="list-style-type: none"> <li>• Proposition de la structure et la fréquence du résonateur micro-ondes</li> <li>• Proposition de conteneur d'échantillons liquide</li> </ul>
<b>Étape 2.</b>	Développement du modèle mathématique théorique du fonctionnement de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes <ul style="list-style-type: none"> <li>• Explication du principe de fonctionnement des capteurs</li> <li>• Explication de la théorie de l'analyse de sensibilité</li> </ul>
<b>Étape 3.</b>	Fabrication 3D <ul style="list-style-type: none"> <li>• Fabrication 3D des capteurs</li> <li>• Assemblage des capteurs</li> </ul>
<b>Étape 4.</b>	Mesures expérimentales <ul style="list-style-type: none"> <li>• Préparation des échantillons et la configuration de mesures</li> <li>• Réalisation des mesures</li> </ul>
<b>Étape 5.</b>	Développement du modèle mathématique de détection et analyse des performances <ul style="list-style-type: none"> <li>• Modèle mathématique de détection</li> <li>• Analyse des résultats et performances</li> </ul>

### 1.5.2 Étapes de la méthodologie

Dans ce qui suit, les étapes de la méthodologie sont exposées en détail, conformément aux lignes directrices décrites dans la sous-section précédente.

Dans la première étape, une recherche bibliographique a été entreprise pour identifier et définir le problème à traiter, ainsi que pour proposer la structure du résonateur micro-ondes. Des recherches approfondies ont été menées afin de concevoir une structure adaptée, et sa fréquence de fonctionnement en prenant en considération les exigences de détection, d'analyse et de caractérisation des liquides. Ensuite, une proposition de conteneur d'échantillons liquide a été élaborée en tenant compte des contraintes et des besoins spécifiques du système de capteur microfluidique.

Ensuite, au cours de la deuxième étape, un modèle mathématique théorique du fonctionnement des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes a été développé. Dans un premier temps, le principe de fonctionnement des capteurs a été expliqué en détail, mettant en évidence les interactions entre les ondes micro-ondes et les liquides à détecter. Puis, la théorie de l'analyse de sensibilité a été présentée, offrant une compréhension approfondie des facteurs qui influencent les performances des capteurs. Cette approche a permis d'identifier les limitations et de proposer des améliorations afin d'augmenter les performances et de répondre aux spécificités du problème abordé.

Dans la troisième étape, la fabrication des capteurs microfluidiques a été concrétisée. Les nouvelles structures de capteurs conçues lors de l'étape précédente ont été réalisées à l'aide de l'impression 3D, en utilisant les techniques et les matériaux appropriés. Parallèlement, des connecteurs SMA (de l'anglais « Sub-Miniature Version A ») ont été soudés sur les capteurs pour permettre les mesures ultérieures.

La quatrième étape a impliqué la réalisation de mesures expérimentales sur les capteurs fabriqués afin d'évaluer leurs performances. Une attention particulière a été accordée à la préparation des échantillons, en suivant des protocoles spécifiques pour garantir des

conditions de mesure reproductibles. Ensuite, une configuration de mesure appropriée a été mise en place, incluant l'utilisation d'équipements de mesure adaptés. Les mesures ont été effectuées en utilisant différents échantillons pour évaluer les performances des capteurs.

Enfin, dans la cinquième étape, un modèle mathématique de détection a été développé en se basant sur les résultats des mesures expérimentales précédentes. Ce modèle a permis de décrire de manière quantitative les performances des capteurs en fonction des paramètres pertinents. Parallèlement, une analyse approfondie des résultats et des performances a été réalisée, en comparant les résultats avec ceux de la littérature et en évaluant les améliorations apportées par les nouvelles structures de capteurs et la technique de fabrication 3D.

## **1.6 Organisation de la thèse**

Dans le but de rendre le travail de recherche réalisé dans le cadre de cette thèse plus compréhensible, celui-ci est structuré en quatre chapitres principaux et organisé de la manière suivante.

Le premier chapitre constitue une introduction générale du sujet, qui est présentée de manière exhaustive. La problématique de recherche est clairement identifiée, et les objectifs attendus ainsi que les contributions réalisées sont exposés. De plus, la méthodologie de recherche adoptée est également présentée de manière détaillée, en expliquant les différentes étapes suivies.

Le deuxième chapitre présente une revue de la littérature portant sur les différentes technologies et classifications des capteurs micro-ondes utilisés pour la mesure de liquides, ainsi que sur leur théorie générale. Une importance attentive est accordée aux capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes. De plus, ce chapitre aborde les dernières



techniques d'optimisation de performance de ces capteurs, en mettant en évidence les défis et les perspectives ouvertes dans le domaine.

Le troisième chapitre décrit en détail les différentes étapes de la méthodologie adoptée pour la conception des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes. Les étapes sont détaillées et comprennent la conception 3D des capteurs, une explication du principe de fonctionnement et de détection utilisé et la mise au point de la réalisation 3D des capteurs. De plus, ce chapitre présente les outils de mesure expérimentaux utilisés, les modèles mathématiques employés, ainsi que les méthodes de détection et d'analyse des performances des capteurs.

Le quatrième chapitre se concentre sur la présentation des résultats expérimentaux obtenus, ainsi que sur une discussion de ces résultats. Les données collectées lors des expérimentations sont présentées de manière claire, accompagnées d'analyses détaillées. Les conclusions tirées de ces résultats sont également exposées, accompagnées des contributions scientifiques de cette recherche.

Enfin, le dernier chapitre expose une conclusion générale qui synthétise à la fois les travaux effectués dans cette thèse et les contributions scientifiques qui en découlent. Cette conclusion offre une perspective globale sur les résultats obtenus et met en évidence leur importance dans le contexte de la recherche sur les capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes. De plus, des perspectives pour de futures recherches sont également proposées, suggérant des pistes supplémentaires à explorer afin d'enrichir les contributions scientifiques de ce travail.

# Chapitre 2 - État de l'art des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour l'analyse des liquides

## 2.1 Classification des capteurs micro-ondes pour les liquides

### 2.1.1 Classification des capteurs micro-ondes

Tous les matériaux, y compris les liquides, présentent un ensemble de caractéristiques diélectriques et de composition qui comprennent la permittivité relative, la perméabilité, la conductivité et la concentration. Une connaissance approfondie de ces paramètres est essentielle pour répondre aux exigences industrielles et intégrer les systèmes de manière adéquate à leur environnement. En ce qui concerne les systèmes et les applications électriques, la détection, l'analyse et la caractérisation des capteurs à micro-ondes sont indispensables.

Tableau 2-1 Classification des capteurs micro-ondes pour liquides

Capteurs micro-ondes pour l'analyse des liquides						
À distance			En contact			
Espace libre	Radiomètre	Radar	Non planaire		Planaire	
			T/R NRW	Cavité résonante	Sonde Coaxiale	Résonant

Les méthodes de détection, d'analyse et de caractérisation des liquides par micro-ondes peuvent être regroupées en deux grandes catégories : les capteurs à distance et les capteurs

en contact direct. Comme illustré dans le tableau 2-1, chaque catégorie est ensuite subdivisée en plusieurs sous-catégories. Parmi les techniques les plus couramment utilisées, on retrouve les lignes de transmission/réflexion (T/R), l'espace libre, les sondes coaxiales à extrémité ouverte et les résonateurs. Ces techniques permettent une caractérisation précise des liquides, ce qui revêt une importance particulière dans la conception de systèmes électriques et électroniques [45, 71].

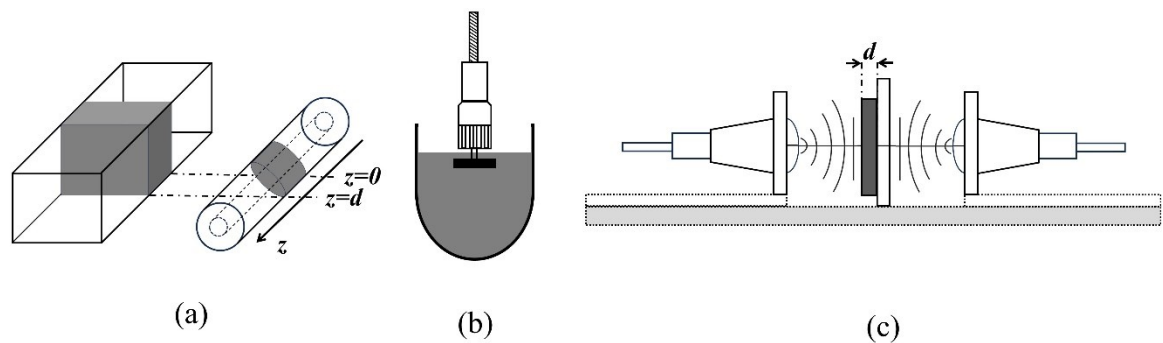


Figure 2.1 Classification des techniques de capteurs micro-ondes (a) NRW (b) sonde coaxiale (c) espace libre

### 2.1.1.1 Technique de transmission/réflexion (T/R)

La méthode de transmission/réflexion (T/R) est une technique non résonante utilisée pour caractériser les propriétés des MUTs, telles que la perméabilité et la permittivité complexes. Elle implique la mesure de la réflexion et de la transmission des ondes EMs à travers un échantillon du MUT [72-75]. La méthode NRW (de l'anglais « Nicolson-Ross-Weir »), une dérivée de la technique T/R, offre une compréhension approfondie de son principe. Elle est illustrée dans la figure 2.1 (a) et repose sur l'utilisation des paramètres de diffusion, ou des paramètres S (de l'anglais « Scattering Parameters »), de l'onde guidée contenant l'échantillon du MUT de longueur finie  $d$ . Les paramètres S, notamment  $S_{11}$  et  $S_{21}$ , qui représentent

respectivement le coefficient de réflexion et de transmission, peuvent être définis comme suit :

$$S_{11} = \frac{\Gamma(1 - T^2)}{1 - T^2\Gamma^2} ; S_{21} = \frac{T(1 - \Gamma^2)}{1 - T^2\Gamma^2} \quad (2.1)$$

Où  $\Gamma$  et  $T$  représentent respectivement les coefficients de réflexion et de transmission d'interface, donnés comme suit :

$$\Gamma = \frac{Z_1 - Z_0}{Z_1 + Z_0} ; T = e^{-\gamma d} = e^{-jkd} \quad (2.2)$$

Dans la formule (2.2),  $Z_1$  et  $Z_0$  représentent les impédances caractéristiques de la ligne de transmission avec et sans MUT, respectivement.  $\gamma$  désigne la constante de propagation et  $k$  le nombre d'onde. À partir des équations (2.1) et (2.2), il est possible de déduire  $\Gamma$  et  $T$  :

$$\Gamma = K \pm \sqrt{K^2 - 1} \text{ avec } K = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}} ; T = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma} \quad (2.3)$$

Où  $K$  représente un facteur dépendant des paramètres  $S$ . Une fois que  $\Gamma$  et  $T$  sont connus, le facteur de propagation peut être déterminé :

$$k = \frac{1}{d} [j \ln|T| - \phi] \quad (2.4)$$

Le coefficient  $T$  peut-être exprimé en notation complexe  $T = |T|e^{j\phi}$ . Enfin, la permittivité et perméabilité relatifs complexes du MUT peuvent être calculées à l'aide de formules spécifiques [75, 76] :

$$\varepsilon_{r.MUT} = \frac{k}{k_0} \frac{1 - \Gamma}{1 + \Gamma} ; \mu_{r.MUT} = \frac{k}{k_0} \frac{1 + \Gamma}{1 - \Gamma} \quad (2.5)$$

Dans ces équations,  $k_0 = \omega\sqrt{\mu_0\varepsilon_0}$  représente le nombre d'ondes dans le vide et  $\omega$  la pulsation de fonctionnement.

### 2.1.1.2 Technique de la sonde coaxiale

La sonde coaxiale à extrémité ouverte est une méthode non résonante couramment utilisée pour caractériser les propriétés diélectriques des échantillons MUTs sur une large plage de fréquences. Cette technique implique l'utilisation d'une ligne coaxiale ouverte en contact avec des MUTs, qu'ils soient sous forme solide ou immergée dans des MUTs liquides [77, 78]. Typiquement, une bride métallique plate prolonge transversalement le plan de masse à l'extrémité ouverte, comme montré dans la figure 2.1 (b). La sonde coaxiale mesure le coefficient de réflexion des ondes EMs à l'intérieur ou à la surface de l'échantillon. En effet, les sondes coaxiales agissent comme des capteurs capables de fournir la constante diélectrique complexe du matériau d'échantillon à partir d'une simple mesure du coefficient de réflexion, déterminée par l'impédance vue depuis l'ouverture en regardant l'échantillon. Cette impédance dépend étroitement des propriétés diélectriques de l'échantillon. Ainsi, en analysant les données collectées du coefficient de réflexion, il est possible de récupérer la constante diélectrique complexe du matériau étudié.

Après la détermination des paramètres S, le coefficient de réflexion peut être calculé en utilisant les formules :

$$\Gamma_{in} = S_{11} + \frac{S_{12}S_{21}\Gamma_L}{1 - S_{22}\Gamma_L} ; \Gamma_L = \frac{\Gamma_{in} - S_{11}}{S_{12}S_{21} - S_{11}S_{22} + S_{22}\Gamma_{in}} \quad (2.6)$$

Où  $\Gamma_{in}$  est la valeur du coefficient de réflexion à l'entrée et  $\Gamma_L$  est le coefficient de réflexion du MUT. La permittivité complexe  $\varepsilon_{r,MUT}$  peut être déterminée selon les équations ci-dessous :

$$Y_L = j\omega C_0 \varepsilon_{r,MUT} + j\omega C_f = \frac{1}{Z_0} \left( \frac{1 - \Gamma_L}{1 + \Gamma_L} \right) \quad (2.7)$$

$$\varepsilon_{r,MUT} = \frac{1}{j\omega Z_0 C_0} \left( \frac{1 - \Gamma_L}{1 + \Gamma_L} \right) - \frac{C_f}{C_0} \quad (2.8)$$

L'admittance du MUT est représentée par  $Y_L$ ,  $Z_0$  est l'impédance caractéristique normalisée, et  $\omega$  est la pulsation du signal.  $C_0$  et  $C_f$  sont les capacités du modèle équivalent de la sonde. Ces capacités représentent respectivement les effets de bord (fuite du champ E) en sortie de sonde (dans l'air) et à l'intérieur de celle-ci (fonction du diélectrique inséré entre les conducteurs interne et externe de la sonde). En général, le rapport  $C_f/C_0$  est négligeable par rapport à  $\varepsilon_{r,MUT}$  et peut donc être ignoré dans le calcul [79, 80].

### 2.1.1.3 Espace libre

La méthode de l'espace libre est une technique qui n'utilise pas la résonance et qui repose sur la collecte des coefficients de réflexion et de transmission [81, 82]. Cette méthode est à large bande, elle n'exige pas de contact entre l'échantillon du MUT et les outils de mesure. Considérant un échantillon d'épaisseur  $d$ , tel que présenté dans la figure 2.1 (c), avec une permittivité relative  $\varepsilon_{r,MUT}$  et de perméabilité relative  $\mu_{r,MUT}$ , les relations entre  $S_{11}$  et  $S_{21}$  d'une part, et entre  $\Gamma$  et  $T$  d'autre part, sont établies par l'équation (2.1). Ainsi,  $\Gamma$  et  $T$  représentent les coefficients de réflexion à l'interface entre l'air et l'échantillon, tandis que

$S_{11}$  et  $S_{21}$  sont les coefficients de réflexion et de transmission mesurés dans l'espace libre pour une onde plane incidente.

Les coefficients  $\Gamma$  et  $T$  sont déterminés par les équations suivantes :

$$\Gamma = \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0} = K \pm \sqrt{K^2 - 1} \text{ avec } K = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}} \quad (2.9)$$

$$T = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma} = e^{-\gamma d} \quad (2.10)$$

$K$  est un facteur déterminé par les paramètres  $S$ , les grandeurs  $Z$  et  $\gamma$ , ainsi que  $Z_0$  et  $\gamma_0$ , représentent respectivement l'impédance caractéristique normalisée et la constante de propagation en présence et en absence du MUT. Leurs valeurs sont exprimées comme suit :

$$\gamma = \gamma_0 \sqrt{\epsilon_{r.MUT} \mu_{r.MUT}} \text{ avec } \gamma_0 = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \quad (2.11)$$

$$Z = Z_0 \sqrt{\frac{\epsilon_{r.MUT}}{\mu_{r.MUT}}} \text{ avec } Z_0 = 120\pi \quad (2.12)$$

En développant les équations (2.11) et (2.12), nous parvenons aux formulations suivantes pour la permittivité et la perméabilité relative complexes du MUT :

$$\epsilon_{r.MUT} = \frac{\gamma}{\gamma_0} \left( \frac{1 - \Gamma}{1 + \Gamma} \right) = \left( \frac{\gamma}{\gamma_0} \right)^2 ; \mu_{r.MUT} = \frac{\gamma}{\gamma_0} \left( \frac{1 - \Gamma}{1 + \Gamma} \right) \quad (2.13)$$

#### 2.1.1.4 Technique de résonateur

Les méthodes de résonance reposent sur l'exploitation des caractéristiques de résonance telles que la fréquence de résonance, le facteur de qualité, l'atténuation à vide et en présence

du MUT, pour réaliser la caractérisation diélectrique de ce dernier. L'extraction de ces caractéristiques de résonance se fait à partir des paramètres S de réflexion ou de transmission. La méthode résonante offre la possibilité de travailler à haute et/ou basse fréquence en variant le type de structure de résonance et les dimensions de l'échantillon.

Tableau 2-2 Comparaison qualitative de la classification des techniques micro-ondes

Technique	MUT	Fréquence	Avantages	Inconvénients
T/R ligne [16], [72-75]	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Solide</li> <li>• Liquide</li> </ul>	Fréquence unique	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mesure la permittivité et la perméabilité</li> <li>• Fonctionnement à haute fréquence</li> <li>• Utile pour les matériaux fabriqués</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Limitation de la précision de mesure des effets d'entrefer</li> <li>• Nécessite l'usinage des échantillons</li> <li>• Conception et fabrication complexes</li> </ul>
Sonde coaxiale [18], [77, 78]	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Solide</li> <li>• Liquide</li> </ul>	Large bande	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Préparation facile des MUTs <ul style="list-style-type: none"> <li>• Non destructive</li> </ul> </li> <li>• Mesure de plusieurs MUTs en peu de temps après l'étalonnage <ul style="list-style-type: none"> <li>• Haute précision pour les matériaux à pertes élevées</li> <li>• Très utile pour les MUTs biologiques</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Besoin d'un MUT avec grand volume</li> <li>• Besoin d'étalonnage</li> <li>• Ne prends en charge que les mesures de réflexion</li> <li>• Limitation de la précision de mesure des effets d'entrefer</li> <li>• Algorithmes complexes pour extraire la permittivité</li> </ul>
Espace libre [17], [81, 82]	Solide	Large bande	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mesure à haute fréquence <ul style="list-style-type: none"> <li>• Non destructive</li> <li>• Sans contact</li> </ul> </li> <li>• Capacité à haute température</li> <li>• Mesure la permittivité et la perméabilité <ul style="list-style-type: none"> <li>• Méthode sans contact</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Besoin d'un grand volume du MUT</li> <li>• Réflexions multiples entre la surface du MUT et l'antenne</li> </ul>
Résonateur [17],[25, 83]	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Solide</li> <li>• Liquide</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Fréquence unique</li> <li>• Bande étroite</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Préparation facile des MUTs</li> <li>• Mesure des petits volumes du MUT <ul style="list-style-type: none"> <li>• Faible coût</li> <li>• Bonne précision</li> </ul> </li> <li>• Compatible avec fabrication additive et soustractif</li> <li>• Potentiel pour les capteurs portables <ul style="list-style-type: none"> <li>• Intégration l'électronique associée dans le même substrat</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Problème d'entrefer (pour les solides)</li> <li>• Nécessite une haute résolution de fréquence d'un VNA</li> <li>• Limité à des bandes de fréquences étroites</li> </ul>



### 2.1.2 Comparaison des capteurs micro-ondes

Afin de développer une idée globale sur les capteurs micro-ondes, le tableau 2-2 présente une comparaison qualitative des différentes techniques micro-ondes selon plusieurs facteurs: le type du MUT, le principe de détection en termes de fréquence, ainsi que les avantages et les inconvénients [33, 84]. Cependant, il convient de noter que les capteurs basés sur les techniques résonantes sont considérés comme les plus appropriés pour les mesures microfluidiques. Pour cette raison, le reste de ce chapitre met l'accent sur les capteurs utilisant ces techniques résonantes.

## 2.2 Classification des capteurs à résonateur micro-ondes pour liquides

Les capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes peuvent être catégorisés selon divers critères. Certains de ces critères se conforment à ceux exposés dans la section 2.1, qui traite de la classification générale des capteurs micro-ondes et des technologies de détection. D'autres critères de classification sont spécifiques aux capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes.

Tableau 2-3 Classification des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour liquides

Capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour liquides				
Structure Résonante	Fréquence de Fonctionnement	Principe de Fonctionnement	Application	Technique de Fabrication
CSRR, SIW	Bande UHF à X	Variation de fréquence	Liquide chimique, biologique, biomédical : Permittivité et concentration	PCB
70 %	80 %	90 %	70%	95%

Le tableau 2-3 présente la classification d'une étude quantitative basée sur l'analyse de cent articles récents de la littérature entre 2019 et 2023. Ces articles ont été organisés en fonction de plusieurs paramètres tels que la structure résonante, la fréquence de fonctionnement, le principe de fonctionnement, l'application de détection et la technique de fabrication.

### *2.2.1 Classification par structure résonante*

Les capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes se regroupent selon la structure résonante utilisée. Dans la littérature, ces capteurs reposent généralement sur diverses structures, telles que les antennes [22, 85-87], les antennes à résonateur diélectrique [88, 89], les résonateurs à guide d'ondes coplanaire CPW (de l'anglais « Coplanar Waveguide Resonator ») [90], des guides d'ondes [91, 92], les condensateurs interdigités IDC (de l'anglais « Interdigital Capacitor ») [93, 94], les résonateurs LC [95], les résonateurs en anneau fendu (SRR) [96-98], les résonateurs en anneau fendu complémentaire (CSRR) [25, 99, 100], ou les résonateurs à guide d'ondes intégrés au substrat (SIW) [101, 102], [15, 49].

### *2.2.2 Classification par fréquence de fonctionnement*

Les capteurs microfluidiques dotés de résonateurs micro-ondes peuvent opérer sur un large éventail de fréquences, englobant les ondes UHF (de l'anglais « Ultra High Frequency») [103], les ondes millimétriques et au-delà [104-106]. Le choix de la fréquence de fonctionnement repose sur divers facteurs, notamment les applications envisagées, les considérations techniques, les dimensions et les coûts de l'électronique. Généralement, la conception des capteurs vise une plage de fréquences allant des bandes UHF (0.3-3 GHz) à la bande X (8-12 GHz) [13]. Cette sélection découle de la diminution des performances des

capteurs micro-ondes à des fréquences plus élevées, de l'augmentation des coûts de l'électronique, des limitations des équipements de mesure, ainsi que des exigences des applications de détection, nécessitant des fréquences adaptées aux applications de communication sans fil.

### *2.2.3 Classification par principe fonctionnement*

La classification des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes peut être établie en fonction de leur principe de fonctionnement. Cette classification peut se baser sur les variations de fréquence (de l'anglais « frequency-variation »), les variations de phase (de l'anglais « phase-variation »), la modulation de couplage (de l'anglais « coupling-modulation »), la séparation de fréquence (de l'anglais « frequency-splitting »), et le mode différentiel (de l'anglais « differential-mode »).

#### *2.2.3.1 Variation de fréquence*

La variation de la fréquence peut être considérée comme un paramètre de détection dans le contexte où la réponse mesurée du capteur, ainsi que les variables de sortie associées aux caractéristiques de résonance telles que la fréquence de résonance, le facteur de qualité, ou l'atténuation de résonance du coefficient de réflexion ou de transmission, sont étroitement liées aux propriétés diélectriques ou composites du LUT en contact direct ou dans l'environnement immédiat de l'élément sensible de la structure résonante [24, 107-111].

#### *2.2.3.2 Variation de phase*

Dans cette approche de mesure, la phase du coefficient de transmission ou de réflexion du capteur est adoptée comme variable de sortie principale, étant intimement liée aux propriétés diélectriques ou composites du LUT entourant le dispositif sensible. À la

différence des capteurs à variation de fréquence, les capteurs à variation de phase fonctionnent à une fréquence unique, éliminant ainsi la nécessité de procéder à un balayage fréquentiel [112-116].

#### *2.2.3.3 Modulation de couplage*

Les capteurs à modulation de couplage tirent parti de la modulation du couplage entre un résonateur et une ligne de transmission, générée par le LUT, en tant que mécanisme de détection. Cette modulation induit des changements dans l'amplitude du coefficient de transmission ou de réflexion. Ces dispositifs sont spécifiquement conçus pour opérer à des fréquences proches de la résonance, comme discuté dans les références [117, 118].

#### *2.2.3.4 Séparation de fréquence*

Les capteurs à séparation de fréquence présentent une conception composée de structures symétriques, chacune comprenant des paires de résonateurs identiques. Lorsque ces résonateurs sont remplis de manière symétrique ou perturbés par un LUT, la réponse en fréquence affiche une unique atténuation ou crête de résonance. En revanche, si les résonateurs sont remplis ou perturbés de manière asymétrique, cette résonance se divise en deux atténuations distinctes ou crêtes. Par conséquent, la variation entre les fréquences de résonance et/ou les amplitudes d'atténuation de résonance peuvent servir de variable de sortie pour la détection [26, 119].

#### *2.2.3.5 Mode différentiel*

Les capteurs opérant en mode différentiel ne se définissent pas comme un principe de fonctionnement à part entière, mais plutôt comme une stratégie visant à neutraliser ou minimiser les effets indésirables d'un stimulus commun, susceptible de perturber ou altérer

la précision des mesures. De plus, ils cherchent à récupérer la valeur d'une variable en se basant sur les propriétés du LUT par rapport à une référence, que ce soit pour des mesures incrémentielles ou pour une fonctionnalité de comparaison. Ainsi, les capteurs différentiels peuvent exploiter l'un des principes de fonctionnement précédemment évoqués, à condition que les unités de capteur indépendantes de la paire différentielle soient construites individuellement en se basant sur ces principes [113, 120-122].

#### *2.2.4 Classification par application*

Les capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes ne se limitent pas à une seule fonction, mais se révèlent être des dispositifs polyvalents. Leur capacité à mesurer différentes variables physiques, telles que l'humidité [123], la température [124] et la pression [125], repose sur l'exploitation des changements de permittivité. Au-delà de ces caractéristiques, ils trouvent une application étendue dans des domaines tels que la chimie, la biologie, la médecine et la pharmacie. Leur utilité s'étend à la détermination de la composition [126], la permittivité [15, 24, 127, 128] et la concentration [21, 94, 129-132] des matériaux et des liquides. Ces capteurs trouvent leur place dans des secteurs diversifiés, couvrant les soins de santé, l'agriculture [133], l'industrie alimentaire [126], l'emballage intelligent, le génie civil, l'industrie automobile, l'aérospatiale, ainsi que le concept de villes intelligentes.

#### *2.2.5 Classification par technique de fabrication*

Les capteurs microfluidiques tirent fréquemment parti de structures résonantes fabriquées sur des PCBs [6], représentant ainsi la technologie de fabrication la plus répandue. Cependant, d'autres techniques moins conventionnelles sont également employées, telles que la LTCC [60, 61, 134, 135] et la 3D [136-139]. L'intégration de conteneurs d'échantillons au

sein de ces structures résonantes ouvre la voie à la conception de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour la mesure du LUT. Ces conteneurs d'échantillons peuvent être élaborés à partir de divers matériaux tels que le PDMS [21, 25], le plastique [41], des capillaires microfluidiques [50], ainsi que de tubes en plastique [55] et en verre [49]. La fabrication de ces conteneurs d'échantillons s'effectue généralement au moyen de techniques de microfabrication et de micro-usinage CNC.

### 2.2.6 Exemple de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes

Afin d'illustrer les classifications antérieures et de démontrer leur pertinence, des exemples de capteurs conçus spécifiquement pour détecter diverses applications sont présentés dans les tableaux 2-4 et 2-5.

Tableau 2-4 Exemples des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour la caractérisation de la permittivité complexe des liquides

Réf.	Struct. Résonante	Cont. D'échantillons	Fréq. de fonct. (GHz)	Princ. de fonct.	Sensibilité (%)	Appl.	Tech. de fabrication
[25]	CSRR	Canal PDMS	2	$S_{11}(f_r)$	0.31	Permittivité	PCB
[140]	SIW	Canal PDMS	14.95	$S_{11}(f_r)$	0.16	Permittivité	PCB
[128]	SRR	Capillaire	2.0402	$S_{21}(f_r)$	0.048	Permittivité	PCB
[49]	SIW	Tube de verre	2.391	$S_{21}(f_r)$	0.062	Permittivité	PCB
[46]	RCSRR	Conteneur	0.810	$S_{21}(f_r)$	0.27	Permittivité	PCB
[141]	SRR	Tube en téflon	2.559	$S_{21}(f_r)$	0.11	Permittivité	3D
[20]	SIW	Tube intégré	3.8267	$S_{11}(f_r)$	0.15	Permittivité	3D

Ces exemples mettent en lumière la diversité des capteurs et leur capacité à répondre à des besoins spécifiques, soulignant ainsi leur pertinence.

Pour obtenir une vision synthétique et complète de la classification des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes abordées dans cette section 2.2, le tableau 2-6 offre

une synthèse qualitative des diverses classifications. Il met en lumière le type le plus fréquemment employé tout en exposant les avantages et les inconvénients qui y sont associés.

Tableau 2-5 Exemples des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour la détection de la concentration de glucose dans des solutions aqueuses

Réf.	Struct. Résonante	Cont. D'échantillons	Fréq. de fonct. (GHz)	Princ. de fonct.	Sensibilité (MHz/mg.dl <sup>-1</sup> )	Appl.	Tech. de fabrication
[142]	LC	Canal PDMS	1.167	$S_{21}(f_r)$	0.023	Concentration	PCB
[94]	SRR/IDC	Canal PDMS	1.327	$S_{21}(f_r)$	0.026	Concentration	PCB
[21]	CSRR	Canal PDMS	2.48	$S_{11}(f_r)$	0.4925	Concentration	PCB
[143]	ENG	Cavité PDMS	2.09	$S_{11}(f_r)$	1.7	Concentration	PCB

Tableau 2-6 Synthèse qualitative de la classification des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour liquides

Classification	Type	Avantages	Inconvénients
Structure Résonante	SIW, CSRR	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Faible coût</li> <li>• Faibles pertes</li> <li>• Potentiel de miniaturisation</li> <li>• Bonnes performances</li> <li>• Facilité de fabrication et d'intégration</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sensibilité aux pertes</li> <li>• Limitations de bande passante</li> </ul>
Fréquence de Fonctionnement	Bande UHF à X	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacité de pénétration</li> <li>• Portée étendue</li> <li>• Largeur de bande</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sensibilité aux interférences</li> <li>• Atténuation du signal</li> <li>• Nécessité d'un VNA</li> </ul>
Principe de Fonctionnement	Variation de fréquence	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Simplicité de conception</li> <li>• Haute sensibilité</li> <li>• Large gamme de mesures</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Complexité du traitement du signal</li> <li>• Nécessite une résolution élevée</li> </ul>
Application	Permittivité et concentration	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Non-invasives</li> <li>• Haute sensibilité</li> <li>• Rapides et précises</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Dépendance aux propriétés du LUT</li> <li>• Limitation du volume et de la saturation</li> </ul>
Technique de Fabrication	PCB	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Faible coût</li> <li>• Facilité de fabrication</li> <li>• Disponibilité</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Limitations de conception</li> <li>• Combinaison avec d'autres techniques de fabrication</li> </ul>

## 2.3 Techniques d'optimisation des performances

L'amélioration de la sensibilité revêt une importance primordiale pour les performances des capteurs de liquide, car elle permet de détecter les variations les plus infimes dans les propriétés diélectriques des LUTs. Ainsi, diverses techniques d'optimisation de la sensibilité ont été développées, visant principalement à réduire les effets parasites dans la zone de détection et à accroître l'interaction du champ E avec le LUT. L'objectif de ces techniques est d'améliorer les paramètres de détection, ce qui peut augmenter la sensibilité. Parmi les techniques les plus couramment utilisées, on peut citer la technique de couplage des résonateurs, la technique du conteneur d'échantillons intégré dans le substrat, ainsi que la technique d'optimisation de la structure résonante.

### 2.3.1 Couplage des résonateurs

Récemment, une nouvelle technique d'amélioration de la sensibilité a été développée. Cette technique démontre que la sensibilité des capteurs à résonateur, plus particulièrement le type CSRR peut bénéficier d'améliorations significatives en réalisant un couplage entre multiples anneaux de CSRR [38, 144], ou en utilisant plusieurs CSRRs disposés le long d'une ligne microruban (ou une antenne) et en exploitant le couplage inter-résonateur entre eux [145, 146]. En effet, lorsque les résonateurs sont disposés de manière que leur couplage soit dans le plan transverse à la direction de propagation (le long de la ligne microruban). Le couplage entre eux crée une zone intense dans le champ E. Cette zone peut être considérée comme une zone sensible, ce qui permet d'améliorer la sensibilité de détection. Cette technique a été appliquée dans la détection de plusieurs applications telles que la détection de la concentration du glucose [84, 146].



### 2.3.2 *Conteneur d'échantillons intégré au substrat*

Cette technique consiste à intégrer les conteneurs d'échantillons, généralement des canaux microfluidiques à l'intérieur du substrat du capteur micro-ondes [101, 147-149]. Cette technique peut être appliquée aux structures SIWs [15, 101, 150] ou CSRRs [148, 151]. Les substrats utilisés dans ses capteurs ont une faible permittivité relative, ce qui permet de les exploiter comme support du LUT. Grâce à cette intégration, il est possible d'obtenir une plus grande interaction entre le champ E et le LUT entre le résonateur et le plan de masse, ce qui conduit à une plus grande sensibilité.

### 2.3.3 *Optimisation de la structure résonante*

L'optimisation des structures résonantes est une méthode couramment utilisée pour améliorer la sensibilité des dispositifs. Dans cette approche, les structures résonantes sont initialement conçues à l'aide de méthodes classiques, puis elles sont soumises à une optimisation en termes de taille, de géométrie ou d'autres paramètres en utilisant différentes techniques. Par exemple, l'une de ces approches consiste à améliorer les structures CSRRs ou SIWs en utilisant des algorithmes mathématiques avancés [152, 153]. Une autre technique repose sur la combinaison des structures CSRRs avec d'autres structures « meander » [154, 155]. D'autres méthodes supplémentaires incluent la création de fentes ou de vias dans les structures SIWs [150, 156] ou CSRRs [24, 41], ainsi que la combinaison des structures SIWs et CSRRs [144, 156]. Ces techniques sont généralement appliquées dans la zone sensible afin de réduire les effets parasites et d'améliorer l'interaction du champ E avec le LUT et, par conséquent, d'accroître la sensibilité globale du dispositif.

## 2.4 Perspectives et défis ouverts

Ces dernières années, une attention considérable a été accordée à l'étude des résonateurs à micro-ondes dans le domaine du développement des capteurs microfluidiques. Les travaux récents présentés dans les tableaux 2-4 et 2-5 fournissent des exemples concrets de l'utilisation de résonateurs à micro-ondes pour détecter les propriétés des liquides, notamment la permittivité complexe (parties réelle et imaginaire) et la concentration. Différentes techniques et approches d'optimisation des performances ont été appliquées à l'analyse des liquides. Chaque type de capteur présente ses avantages et ses inconvénients.

L'un des principaux avantages de ces techniques de conception et d'optimisation des capteurs réside dans leur principe de fonctionnement simple, qui permet de réduire la taille du circuit. Toutefois, l'utilisation de ces capteurs présente également des inconvénients, tels que la complexité parfois élevée de l'assemblage du résonateur et du conteneur d'échantillons, la présence d'effets parasites, les limitations du confinement du champ E, un faible facteur de qualité et une sensibilité limitée. Ces limitations restreignent leur utilisation dans de nombreuses applications et limitent les possibilités de détection de la permittivité et de la concentration.

Afin d'améliorer la sensibilité des capteurs, il est primordial de confiner fortement le champ E sur et autour de la zone sensible du capteur. Étant donné que la plupart des structures sont planaires et que la propagation du champ E se fait dans le plan de deux dimensions, il est essentiel d'optimiser l'interaction entre le champ E et le dispositif de détection. Cela permet une concentration maximale de l'énergie dans la zone ciblée, tout en réduisant les risques de fuites du champ E et de perturbations ou parasites indésirables.

Pour optimiser la sensibilité des capteurs et obtenir de meilleures performances globales, il est crucial de développer de nouvelles techniques d'optimisation. Dans cette perspective, l'utilisation de technologies de fabrication telles que l'impression 3D joue un rôle fondamental en offrant une flexibilité de conception pour la fabrication de ces capteurs en une seule étape [157, 158]. Cette approche faciliterait l'application des nouvelles techniques d'optimisation, permettant ainsi d'obtenir des capteurs présentant une sensibilité accrue. Cette amélioration de la sensibilité est essentielle pour la détection et la caractérisation efficaces des liquides.

Un autre facteur limitant important concerne le nombre restreint d'applications de mesure basées sur les résonateurs à micro-ondes. La plupart des chercheurs se sont concentrés sur la détection des liquides, notamment leurs mélanges binaires ou leurs concentrations [24, 159]. D'autres ont étudié des applications spécifiques telles que la détection du glucose aqueux [24, 89, 159, 160] et la détection des aliments [161]. Par conséquent, il existe un besoin de nouveaux capteurs qui pourraient être utilisés dans une variété d'applications de mesure, offrant des performances améliorées.

# Chapitre 3 - Conceptions des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes pour l'analyse des liquides

## 3.1 Conception des capteurs

### 3.1.1 Conception générale des structures

En nous basant sur les avantages identifiés dans les chapitres précédents, nous avons opté pour des structures appartenant à la famille des SIWs et des CSRRs pour développer de nouvelles structures de résonateur micro-ondes.

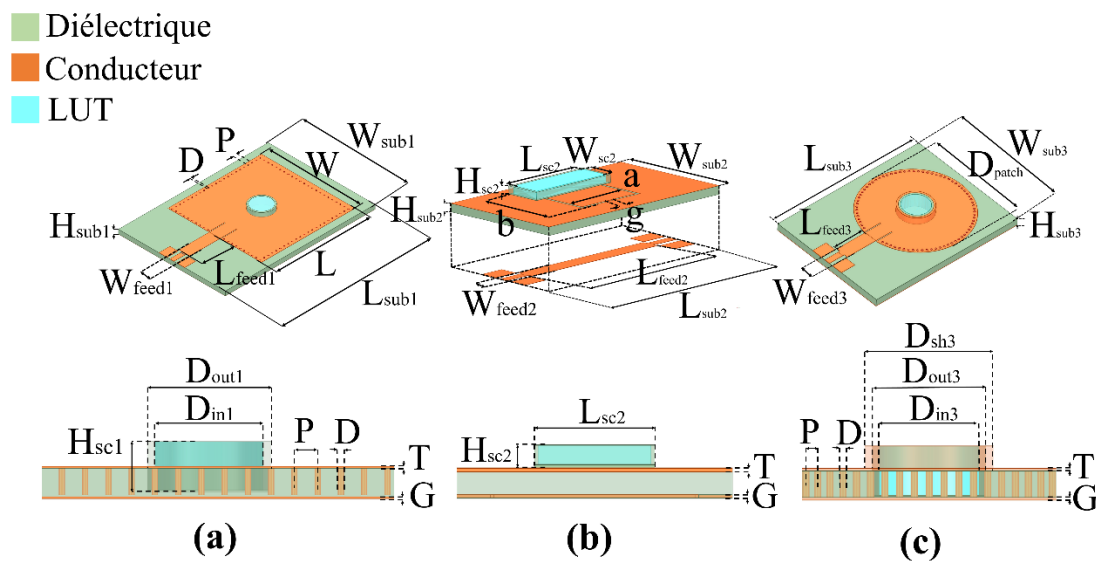


Figure 3.1 Représentation 3D de (a) structure (A), (b) structure (B), et (c) structure (C) de résonateur à micro-ondes étudiés

Ces structures ont été spécifiquement conçues pour opérer à des fréquences sélectionnées dans les bandes S (2-4 GHz) et C (4-8 GHz), tenant compte des contraintes inhérentes à

l'équipement de mesure du laboratoire et des exigences des applications de détection, ainsi que les dimensions et les coûts des structures. Les bandes S et C offrent une combinaison optimale de plusieurs caractéristiques essentielles, notamment une atténuation réduite, une capacité de pénétration dans les liquides, une largeur de bande adéquate et une compatibilité avec les dispositifs miniaturisés. En conséquence, ces bandes sont préférées pour la conception de capteurs à résonateur micro-ondes dédiés à l'analyse des liquides [13].

Pour simplifier la fabrication, réduire les coûts et faciliter les analyses des LUTs, l'utilisation de micropuits est privilégié [162]. Ces microconteneurs d'échantillons ou de cavités sont couramment employés en laboratoire pour la réalisation d'expériences et de tests biochimiques, génétiques et cellulaires. Les micropuits sont équipés d'un port unique permettant l'injection et le retrait du liquide et ils sont capables de contenir de faibles volumes de liquide tels que des échantillons biologiques, des réactifs ou des cellules. Ainsi, ces micropuits permettent d'effectuer des tests avec un minimum de matériel. Grâce à leur taille réduite, ils sont faciles à manipuler, ce qui contribue à la diminution des coûts expérimentaux [163].

Tableau 3-1 Dimensions en (mm) des structures de résonateur micro-ondes étudiés

Paramètre	$L_{sub1}$	$H_{sub1}$	$W_{sub1}$	$W$	$L$	$L_{feed1}$	$W_{feed1}$	$D$	$P$	$H_{sc1}$	$H_{sc2}$
Valeur	56	1.5	40	35	35	12	4.03	1.5	0.4	2.64	1.44
Paramètre	$D_{in1}$	$D_{out1}$	$T, G$	$L_{sub2}$	$H_{sub2}$	$W_{sub2}$	$W_{sc2}$	$L_{sc2}$	$L_{feed2}$	$W_{feed2}$	$a$
Valeur	7	8	0.3	33.12	1.5	21.45	5	13.45	12	3.92	11.5
Paramètre	$b$	$G$	$L_{sub3}$	$H_{sub3}$	$W_{sub3}$	$D_{patch}$	$L_{feed3}$	$W_{feed3}$	$D_{sh3}$	$D_{in3}$	$D_{out3}$
Valeur	11	0.2	43.56	1.5	33	28	9	4.1	8	6	7

La figure 3.1 présente une représentation tridimensionnelle des structures de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes proposées dans le cadre de ce projet de recherche.

Le tableau 3-1 expose les dimensions respectives de ces structures. Elles ont été conçues et optimisées à l'aide de l'outil de simulation EM 3D HFSS (de l'anglais « High-Frequency Structure Simulator ») de (ANSYS, États-Unis) [164], fourni par CMC (de l'anglais « Canadian Microelectronics Corporation ») basée à (Kingston, Canada).

### 3.1.2 Conception spécifique des structures

#### 3.1.2.1 Conception de la structure (A)

La figure 3.1 (a) présente la structure (A) du capteur microfluidique. Cette structure est composée d'un résonateur à cavité SIW rectangulaire qui comprend un patch rectangulaire avec des dimensions de longueur et de largeur respectives  $L$  et  $W$ . On trouve également une ligne d'alimentation de dimensions  $(L_{feed1} \times W_{feed1})$  et un réseau de via rectangulaire avec un diamètre  $D$  et une distance  $P$  de centre à centre entre deux vias consécutives. Au centre de cette cavité SIW, un conteneur d'échantillons circulaire d'un volume de  $101 \mu\text{L}$  est intégré pour contenir le LUT.

#### 3.1.2.2 Conception de la structure (B)

La structure (B) du capteur microfluidique est basée sur un modèle utilisant le CSRR, tel qu'illustré à la figure 3.1 (b). Ce modèle comprend une ligne de transmission microruban métallique avec les dimensions  $(L_{feed2} \times W_{feed2})$ , qui est couplée capacitivement au plan de masse métallique. Le CSRR, qui a une forme carrée, est gravé dans le plan de masse et a les dimensions  $(a \times b)$ . Il est positionné à une distance  $(s)$  et à un écart  $(g)$  par rapport à son bord. Pour contenir le LUT, un conteneur d'échantillons rectangulaire d'un volume de  $96.84 \mu\text{L}$  est intégré sur le CSRR.

### 3.1.2.3 Conception de la structure (C)

La dernière structure (C), révélée dans la figure 3.1 (c), est un résonateur circulaire optimisé en technologie SIW. Cette structure est constituée d'un patch circulaire, présent dans la cavité SIW, avec un rayon égal à  $D_{patch}/2$ , le patch est alimenté par une ligne d'alimentation de dimensions ( $L_{feed3} \times W_{feed3}$ ). Pour assurer la connexion au plan de masse, le patch est relié à celui-ci via un réseau de vias. Au centre de la cavité, un conteneur d'échantillons d'un volume de 74  $\mu\text{L}$  est positionné, ce qui forme la structure standard (C). Pour améliorer les performances de la structure standard, une optimisation a été effectuée en enveloppant le conteneur d'échantillons d'une gaine métallique. Cette gaine métallique permet une pénétration maximale du champ E à l'intérieur de l'échantillon, constituant ainsi la version optimisée de la structure (C).

La section suivante présente une explication détaillée de la fonctionnalisation et de la capacité d'intégration des différentes structures.

## 3.2 Principe de fonctionnement et optimisation des performances

### 3.2.1 Principe de fonctionnement général

La figure 3.2 présente la distribution de l'amplitude du champ E total pour les trois structures étudiées, obtenue à l'aide d'une simulation EM à la fréquence de résonance, en utilisant le logiciel HFSS. En observant la figure et en se référant à la légende des couleurs, on peut constater que le champ E atteint son amplitude maximale au centre de la cavité pour les structures SIWs, tandis que pour la structure CSRR, il est maximal dans la fente. Ces zones correspondent aux endroits où la perturbation du champ E est la plus significative.

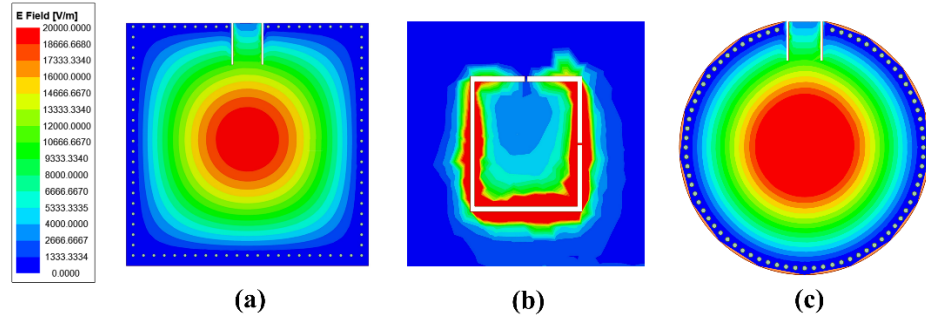


Figure 3.2 Distribution d'amplitude du champ E total de (a) structure (A), (b) structure (B), et (c) structure (C) de résonateur à micro-ondes étudiés

Ainsi, les conteneurs d'échantillons ont été spécifiquement conçus pour être positionnés à ces emplacements, considérés comme des zones sensibles. Cette disposition stratégique permet au champ E de traverser le conteneur d'échantillons contenant le LUT, favorisant ainsi une interaction accrue entre le LUT et le champ E, ce qui se traduit par une sensibilité améliorée du système.

La présence du LUT dans les conteneurs d'échantillons perturbe la distribution du champ E à l'intérieur du capteur, ce qui entraîne une modification de la réponse mesurée. Cette modification peut se manifester sous la forme d'un décalage significatif de la fréquence de résonance, du facteur Q et de l'atténuation maximale du coefficient de réflexion ou de transmission. Ces changements sont directement liés aux propriétés diélectriques du LUT, et peuvent être évalués à l'aide des équations suivantes [165, 166] :

$$\frac{f_r - f_0}{f_0} = \frac{- \int_{V_0} (\Delta\epsilon E_0 \cdot E_1 + \Delta\mu H_0 \cdot H_1) dv}{\int_{V_0} (\epsilon_0 |E_0|^2 + \mu_0 |H_0|^2) dv} \quad (3.1)$$

$$\frac{Q_0 - Q_r}{Q_0 Q_r} = \frac{- \int_{V_0} (\Delta\epsilon'' E_0 \cdot E_1 + \Delta\mu'' H_0 \cdot H_1) dv}{\int_{V_0} (\epsilon_0 |E_0|^2 + \mu_0 |H_0|^2) dv} \quad (3.2)$$



Où  $f_r$ ,  $f_0$ ,  $Q_r$ ,  $Q_0$  correspondent respectivement la fréquence de résonance et le facteur de qualité avec et sans perturbation, c'est-à-dire sans la présence de liquide et avec la présence de liquide. Les indices  $E_1$ ,  $E_0$  désignent le champ électrique, et  $H_1$ ,  $H_0$  représentent le champ magnétique, avec et sans perturbation, respectivement. Ainsi, les symboles  $\Delta\epsilon$  et  $\Delta\mu$  indiquent les changements de permittivité et de perméabilité lorsque le capteur contient le LUT. Enfin,  $V_0$  représente le volume du résonateur.

Lorsqu'on travaille avec des échantillons LUT de petite taille électrique, signifiant que les dimensions de l'échantillon sont faibles par rapport à la longueur d'onde, il est généralement considéré que les champs E et H à l'intérieur du résonateur restent inchangés avant et après le remplissage du LUT. Cette hypothèse repose sur l'idée que le LUT n'affecte pas de manière significative les propriétés EMs de la structure résonante. Dans le cas des matériaux diélectriques, tels que les liquides ayant une permittivité relativement élevée et une conductivité négligeable, les variations de perméabilité magnétique  $\Delta\mu$  et  $\Delta\mu''$  peuvent être considérées comme négligeables. Cela signifie que le LUT n'a pas d'effet notable sur les propriétés magnétiques du résonateur. De plus, à la fréquence de résonance du résonateur, l'énergie accumulée par les champs E et H dans la structure résonante doit être équivalente. Cette équivalence d'énergie est due à l'interaction entre les champs E et H, qui se renforcent mutuellement pour générer une résonance. En conséquence, dans ces circonstances particulières, les équations (3.1) et (3.2) peuvent être simplifiées par [127, 167, 168] :

$$\frac{f_r - f_0}{f_0} = \frac{\int_{V_{LUT}} (\Delta\epsilon E_0 \cdot E_1) dv}{2 \cdot \int_{V_0} (\epsilon_0 |E_0|^2) dv} \quad (3.3)$$

$$\frac{Q_0 - Q_r}{Q_0 Q_r} = \frac{\int_{V_{LUT}} (\Delta\epsilon'' E_0 \cdot E_1) dv}{2 \int_{V_0} (\epsilon_0 |E_0|^2) dv} \quad (3.4)$$

Le volume de l'échantillon du LUT est représenté par  $V_{LUT}$ . Les équations (3.3) et (3.4) démontrent que le décalage de fréquence et le facteur de qualité, ainsi que l'atténuation maximale, sont principalement déterminés par la variation du champ E causée par le LUT.

En utilisant ces équations, il devient possible d'évaluer les caractéristiques diélectriques ou composites du LUT, notamment la permittivité relative, la perte diélectrique et la concentration.

### 3.2.2 Principe de fonctionnement spécifique

#### 3.2.2.1 Principe de fonctionnement de la structure (A)

Comme précédemment mentionné, lorsqu'on remplit le LUT dans le conteneur d'échantillons, cela induit une perturbation du champ E à l'intérieur de la cavité représentée dans la figure 3.2 (a), ce qui entraîne une modification de la fréquence de résonance et de l'atténuation maximale du coefficient de réflexion ( $S_{11}$ ). La fréquence de résonance en mode  $TE_{m0n}$  de cette structure (A) peut être exprimée par [169] :

$$f_{r,m0n} = \frac{c}{2\sqrt{\epsilon_{r.SUB}}} \sqrt{\left(\frac{m}{W_{eff}}\right)^2 + \left(\frac{n}{L_{eff}}\right)^2} \quad (3.5)$$

$$L_{eff} = L - \frac{D^2}{0.95b}; W_{eff} = W - \frac{D^2}{0.95b} \quad (3.6)$$

La permittivité du matériau diélectrique est représentée par  $\epsilon_{r.SUB}$ . Les valeurs de la longueur effective  $L_{eff}$  et de la largeur effective  $W_{eff}$  de la structure SIW sont utilisées pour

caractériser ses dimensions réelles qui sont représentées dans la figure 3.1 (c) respectivement par  $L$  et  $W$ . Les indices  $m$  et  $n$  sont des entiers utilisés pour décrire les différents modes de propagation pris en charge par la structure SIW.

Pour les paramètres de conception critiques, nous considérons  $D$ , symbolisant le diamètre de chaque via, et  $P$ , indiquant la distance centre à centre entre deux vias. Ces deux paramètres sont cruciaux pour la performance de la cavité SIW [42] et peuvent être déterminés grâce à la formule suivante :

$$D < \frac{\lambda_g}{5} ; P < 2D \quad (3.7)$$

Où  $\lambda_g$  est la longueur d'onde dans le vide.

### 3.2.2.2 Principe de fonctionnement de la structure (B)

La figure 3.2 (b) illustre clairement que la distribution de l'amplitude du champ E total à la résonance est principalement concentrée sur la fente du plan de masse. Cette fente correspond à la capacité  $C_c$ , qui représente l'écart capacitif entre le plan de masse et le patch CSRR rectangulaire. Des recherches antérieures [170, 171] ont pris en compte les capacités  $C_c$  et  $C'_c$  dans un conteneur d'échantillons vide et rempli. On peut définir  $C'_c$  en fonction de la capacité  $C_c$  de la manière suivante :

$$C'_c = C_c \left( \frac{\varepsilon_{r.SUB} + \varepsilon_{r.LUT}}{\varepsilon_{r.SUB} + 1} \right) \quad (3.8)$$

Les permittivités relatives du LUT et du substrat diélectrique sont respectivement notées  $\varepsilon_{r.LUT}$  et  $\varepsilon_{r.SUB}$ . Il est important de noter que l'influence du LUT sur le champ E peut potentiellement entraîner une variation de la capacité  $C'_c$ , ce qui à son tour provoque un

déplacement de la fréquence de résonance et de l'atténuation maximale du coefficient de transmission ( $S_{21}$ ). La fréquence de résonance de la structure (B) peut être calculée à l'aide des références [172, 173] par :

$$f_r = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_C(C + C'_C)}} \quad (3.9)$$

$L_C$  fait référence à l'inductance de la trace métallique qui relie le patch rectangulaire au plan de masse, tandis que  $C$  représente la capacité de la ligne microruban.

### 3.2.2.3 Principe de fonctionnement de la structure (C)

Comme démontré antérieurement dans la figure 3.2 (c), le champ  $E$  est fortement concentré au centre de la cavité. Cette région devient donc très sensible à la présence d'un LUT rempli dans un conteneur d'échantillons. Toutefois, le LUT modifie les propriétés diélectriques de cette région sensible, ce qui entraîne un décalage de la fréquence de résonance et de l'atténuation maximale du coefficient de réflexion ( $S_{11}$ ). La fréquence de résonance spécifique au mode fondamental de la dominante  $TM_{mn0}$ , peut être calculée par [150, 165] :

$$f_{r,mn0} = \frac{\mu_{mn}c}{2\pi r\sqrt{\varepsilon_{r.SUB}\mu_{r.SUB}}} \quad (3.10)$$

La fréquence de résonance de la cavité est influencée de manière importante par plusieurs facteurs, tels que la racine de la fonction de Bessel  $\mu_{mn}$ , le rayon de la cavité SIW  $r$ , la permittivité relative  $\varepsilon_{r.SUB}$  et la perméabilité relative  $\mu_{r.SUB}$  du matériau diélectrique.

### 3.2.3 Analyse de la sensibilité de détection

#### 3.2.3.1 Analyse générale de la sensibilité de détection

Dans cette étude de recherche, les structures de capteurs proposées sont spécifiquement conçues pour détecter et caractériser des liquides. La sensibilité relative de détection dans ses applications peut être définie comme suit, en se référant aux références [170, 171] :

$$S = \frac{1}{f_r} \frac{df_r}{d\varepsilon_{r.LUT}} \quad (3.11)$$

La fréquence de résonance de la structure est indiquée par  $f_r$ , tandis que  $\varepsilon_{r.SUB}$  dénote la permittivité du matériau diélectrique. Le terme  $(df_r/f_r)$  quantifie le décalage de la fréquence relative.

Afin d'optimiser la sensibilité des différentes structures, de réduire le volume du LUT utilisé et de minimiser la taille globale des structures, une approche combinant différentes techniques d'optimisation au niveau de la conception a été mise en œuvre. Cette approche a été complétée par une étude numérique réalisée à l'aide de l'outil HFSS, qui permet d'analyser les différentes dimensions des conteneurs d'échantillons en introduisant des échantillons du LUT dans ces derniers. Les valeurs de permittivité diélectrique relative nécessaires à cette étude ont été extraites de la référence [174], en fonction de la fréquence de fonctionnement de chaque structure. Le décalage de fréquence résultant de l'ajout des échantillons du LUT a servi à calculer le décalage de la fréquence relative, utilisé par la suite pour évaluer la sensibilité des structures.

### 3.2.3.2 Analyse spécifique de la sensibilité de détection

#### 3.2.3.2.1 Analyse de la sensibilité de détection de la structure (A)

Pour mettre en œuvre l'analyse de sensibilité décrite précédemment, des échantillons du LUT ayant une permittivité comprise entre 5.3 et 67.45, représentant la permittivité relative des mélanges eau-éthanol à la fréquence de résonance de la structure, ont été obtenus de la littérature [174] et introduits dans le conteneur d'échantillons. Les dimensions du conteneur ont été ajustées, fixant la hauteur à 2.64 mm et variant le diamètre entre 5 mm et 9 mm, ainsi que fixant le diamètre à 7 mm et variant la hauteur entre 1.36 mm et 3.92 mm. Afin d'optimiser la sensibilité, cette analyse a été combinée avec la technique d'intégration du conteneur d'échantillons dans le substrat. Cette technique permet au champ E concentré au centre de la cavité SIW de propager efficacement dans le LUT, favorisant ainsi une interaction maximale. Cette interaction se traduit par un décalage amélioré des caractéristiques de résonance, ce qui entraîne une meilleure sensibilité. Les résultats de cette analyse sont exposés dans la figure 3.3.

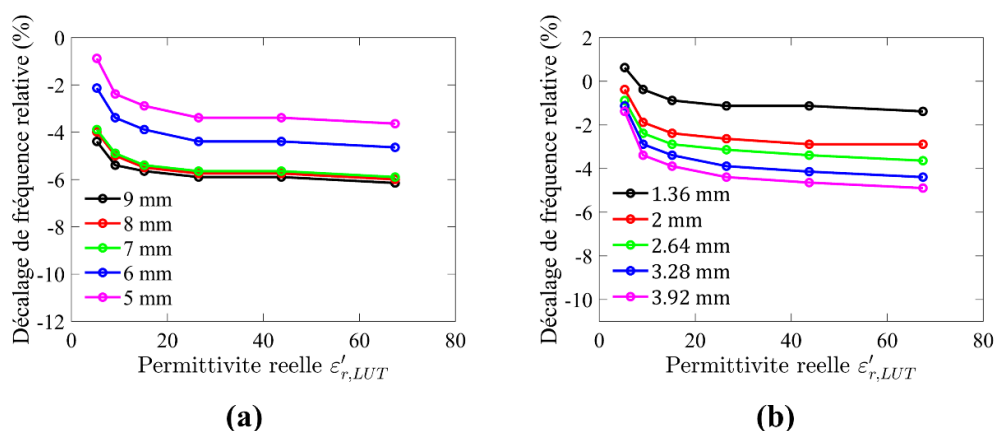


Figure 3.3 Décalage de fréquence relative pour (a) le diamètre et (b) la hauteur du conteneur d'échantillons de la structure (A)

### 3.2.3.2.2 Analyse de sensibilité de la détection de la structure (B)

Dans cette étude, des échantillons du LUT avec une permittivité diélectrique relative variant entre 6.46 et 75.57 [174] ont été placés dans un conteneur d'échantillons rectangulaire, dont les dimensions de largeur et de hauteur ont été respectivement ajustées. En fixant la hauteur à 1.44 mm, la largeur a été ajustée entre 3 mm et 7 mm. De même, en fixant la largeur à 5 mm, la hauteur a été ajustée de 0.48 mm à 2.40 mm. Dans cette étude, une approche novatrice a été utilisée pour combiner l'analyse avec une nouvelle technique visant à optimiser à la fois la géométrie du conteneur d'échantillons et le volume du LUT. L'objectif de cette approche était de couvrir la partie la plus sensible de la zone d'intérêt, ce qui permettrait une interaction plus puissante entre le LUT et le champ E.

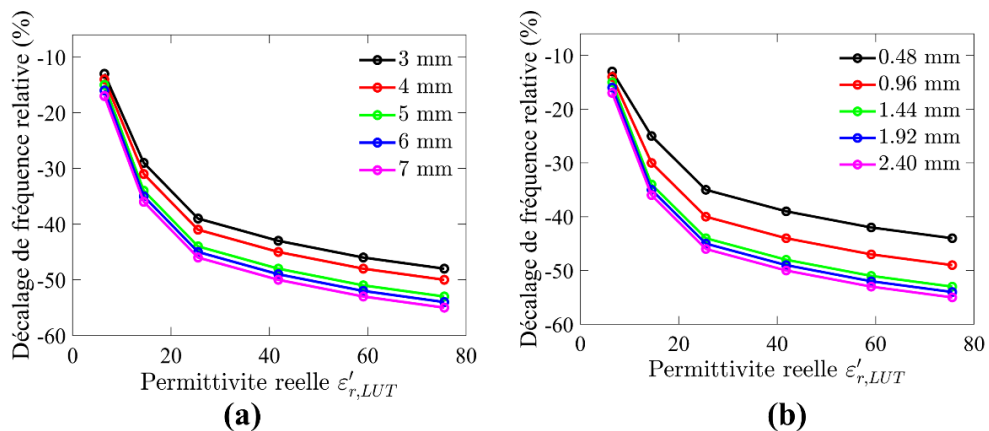


Figure 3.4 Décalage de fréquence relative pour (a) la largeur et (b) la hauteur du conteneur d'échantillons de la structure (B)

La mise en œuvre de cette technique a facilité de restreindre le champ E à l'intérieur du conteneur d'échantillons. Le LUT appliqué à l'intérieur de ce conteneur contribue à la fois au mécanisme de détection au niveau de la fente CSRR où il est appliqué, tout en agissant également comme absorbant et isolant du champ E à l'intérieur du conteneur, empêchant ainsi toute fuite vers l'extérieur. Cette approche diminue non seulement les risques d'effets de

capacité parasite sur les parties sensibles non impliquées dans le mécanisme de détection, mais elle améliore également la sensibilité globale du capteur. En confinant le champ E et en évitant les effets capacitifs, cette méthode garantit une capture plus précise des variations induites par les échantillons du LUT, conduisant à des mesures plus précises. Les résultats issus de cette analyse sont illustrés dans la figure 3.4.

### 3.2.3.2.3 Analyse de sensibilité de la détection de la structure (C)

Une analyse similaire aux structures précédentes a été menée sur le conteneur d'échantillon dans le cadre de cette étude. Cependant, des échantillons du LUT présentant une permittivité diélectrique relative comprise entre 1 et 80 ont été soigneusement disposés à l'intérieur d'un conteneur d'échantillons circulaire. Pour modifier les dimensions du conteneur d'échantillons, le diamètre a été augmenté de 4 mm à 8 mm tout en maintenant la hauteur à 2.64 mm, tandis que la hauteur a été augmentée de 1.36 mm à 3.92 mm tout en fixant le diamètre à 6 mm.

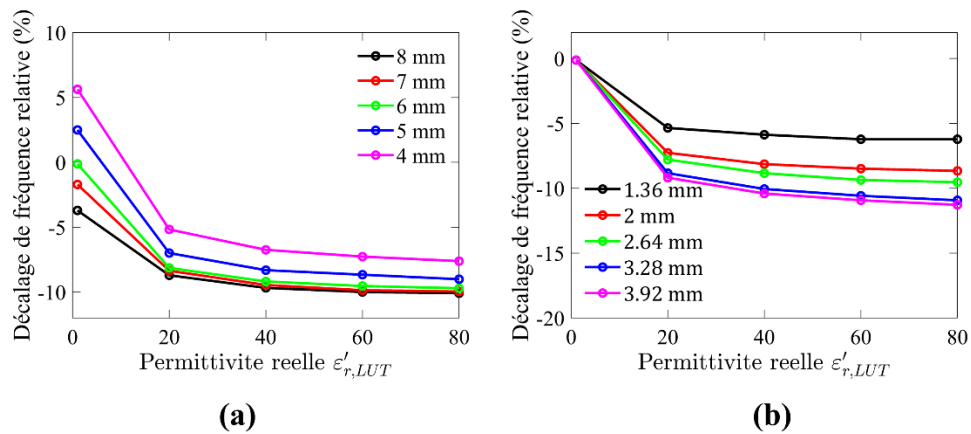


Figure 3.5 Décalage de fréquence relative pour (a) la largeur et (b) la hauteur du conteneur d'échantillons de la structure (C)



Une technique novatrice d'optimisation de la sensibilité a été associée à cette analyse, ce qui peut être considéré comme une optimisation de la structure (A). Cette technique repose sur deux aspects. Tout d'abord, elle implique l'intégration du conteneur d'échantillons au centre de la cavité, comme déjà utilisé dans la structure (A). Deuxièmement, elle vise à améliorer la structure existante (C) en entourant le conteneur d'échantillons d'une gaine métallique conductrice. La gaine métallique joue un rôle décisif en agissant comme un guide d'onde positionné au-dessus de la cavité SIW. Son principal objectif est de confiner le champ E à l'intérieur de la cavité, empêchant ainsi tout rayonnement indésirable à l'extérieur du conteneur d'échantillons. Cette conception optimisée vise à accroître la pénétration du champ E jusqu'au fond du LUT, afin d'optimiser l'interaction entre ce champ E et le LUT. L'objectif final est d'améliorer la sensibilité globale de la structure. Les conclusions obtenues grâce à cette approche sont présentées à la figure 3.5.

### *3.2.3.3 Résultats d'analyse de sensibilité de la détection*

Les résultats de l'étude numérique menée sur trois structures différentes mettent en évidence une analyse de sensibilité reposant sur une étude paramétrique des dimensions du conteneur d'échantillon et de la permittivité relative du LUT. Cette analyse est combinée à diverses techniques d'optimisation de la sensibilité pour le décalage de fréquence relative, ce qui permet d'améliorer la sensibilité.

Cependant, l'observation des résultats de cette analyse, telle que présentée dans les figures 3.3, 3.4 et 3.5, révèle qu'au-delà d'une certaine valeur des dimensions du conteneur, le changement du décalage de fréquence relative devient stable. Ceci suggère que la quasi-totalité du champ E transversal dans la structure est concentrée dans le LUT, comme le montre la distribution d'amplitude du champ E total dans la figure 3.6. En d'autres termes,

augmenter les dimensions du conteneur au-delà de cette valeur critique entraîne un gaspillage inutile du LUT, justifiant ainsi les dimensions optimales des conteneurs d'échantillons conçus. Par ailleurs, il a été noté d'après les résultats que la structure B, par rapport aux autres structures dans les conditions d'analyses, présente le meilleur décalage de fréquence relative, traduisant ainsi une meilleure sensibilité.

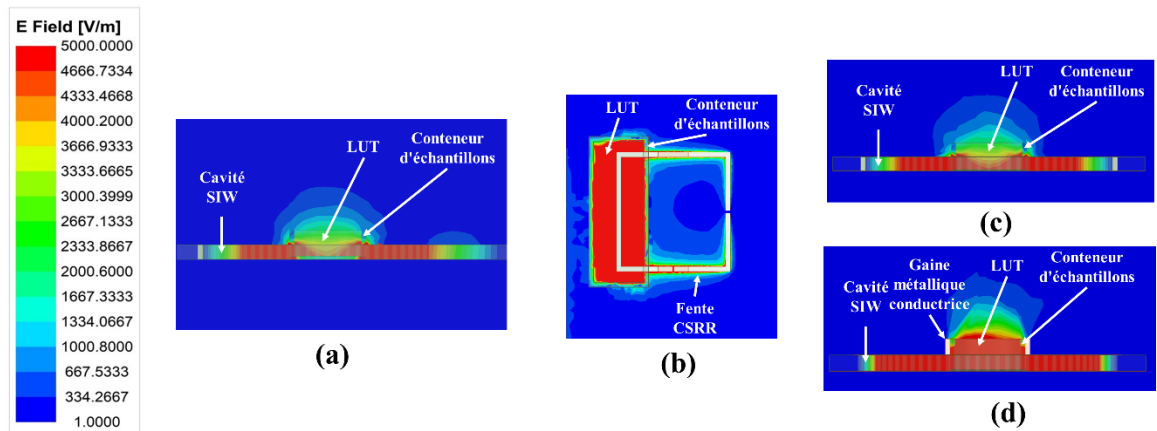


Figure 3.6 Distribution d'amplitude du champ E total à l'intégration du conteneur d'échantillons (a) structure (A), (b) structure (B), et (c) structure (C) standard, (d) structure (C) optimisée de résonateur à micro-ondes étudiés

### 3.3 Technique d'impression 3D et l'assemblage de capteurs

#### 3.3.1 Système d'impression

Les capteurs proposés dans le cadre de ce projet ont été fabriqués à l'aide de l'imprimante DragonFly LDM™ 3D de (Nano Dimension, États-Unis) [175], en collaboration avec le CNIMI (Drummondville, Canada).

La figure 3.7 présente les composants du système 3D, qui a des dimensions de  $1400 \times 800 \times 1800 \text{ mm}^3$  (longueur  $\times$  largeur  $\times$  hauteur). Ce système est équipé de deux têtes d'impression pour la pulvérisation d'encres conductrices et diélectriques. Chaque tête possède

512 buses reliées à des conteneurs remplis d'encre. Le substrat en verre utilisé pour l'impression et l'étalonnage du prototype est placé sur une plaque d'impression mesurant  $160 \times 160 \text{ mm}^2$ . L'encre diélectrique est polymérisée à l'aide d'un rayonnement ultraviolet (UV) d'une longueur d'onde de 395 nm, tandis que le frittage de l'encre conductrice est réalisé à l'aide d'une lampe infrarouge (IR).

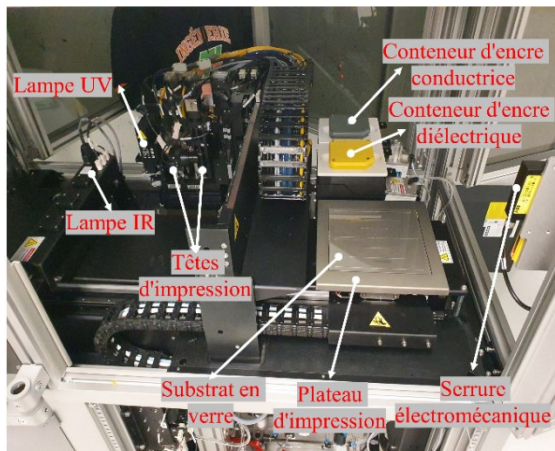


Figure 3.7 Système d'impression 3D

### 3.3.2 Matériel d'impression et propriétés

#### 3.3.2.1 Matériel d'impression

Les capteurs proposés ont été conçus en utilisant deux encres spécifiquement formulées pour les têtes d'impression DragonFly LDM™ et la plaque d'impression.

L'encre conductrice utilisée était l'AgCite™ 90072 de (Nano Dimension, États-Unis) [175], composée de nanoparticules d'argent pur (80 nanomètres [d50]) soigneusement contrôlées pour assurer une conductivité et une adhérence excellentes. Cette encre est adaptée à une large gamme de circuits 3D pour les applications micro-ondes, sans nécessiter de températures de frittage élevées.

L'encre diélectrique utilisée était l'encre 1092 Dielectric UV Curable Acrylates Ink de (Nano Dimension, États-Unis) [175], spécialement développée pour compléter l'encre conductrice AgCite™ à base de nanoargent et offrir une isolation électrique critique même à des épaisseurs réduites. Cette encre présente également d'excellentes propriétés diélectriques uniformes, testées jusqu'à une fréquence de 20 GHz, ce qui permet une variété d'applications micro-ondes.

### 3.3.2.2 Propriétés

Les caractéristiques diélectriques et conductrices des encres utilisées sont présentées dans la figure 3.8. Les mesures réalisées avec la sonde SPEAG DAK-TL3.5-P (SPEAG, Suisse) révèlent que la permittivité diélectrique de l'encre diélectrique varie en fonction de la fréquence (de 0.2 à 20 GHz) entre les valeurs de 2.81 et 2.78, respectivement, tandis que les pertes tangentielles varient de 0.001 à 0.012. La conductivité de l'encre conductrice est influencée par le temps et la température d'impression (de 140 à 170 °C) et peut varier de 10 % à 40 % de la conductivité de l'argent standard ( $6.30 \times 10^7$  S/m), ce qui correspond à une conductivité comprise entre  $3.15 \times 10^6$  S/m et  $2.52 \times 10^7$  S/m.

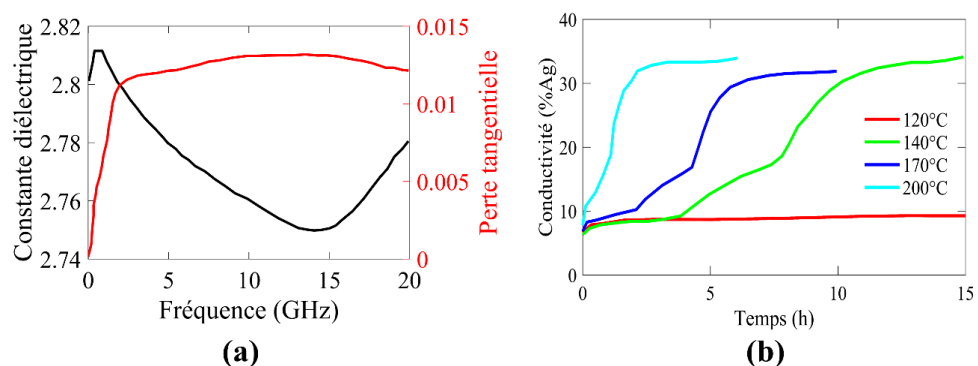


Figure 3.8 Propriété diélectrique et conductrice des encres

Le tableau 3-2 présente les propriétés des encres extraites dans les conditions d'impression et de fréquence de fonctionnement pour les différentes structures de capteurs développées.

Tableau 3-2 Propriété diélectrique et conductrice des structures de résonateur micro-ondes étudiés

	Encre diélectrique		Encre conductrice
	Permittivité diélectrique	Pertes tangentielles	Conductivité
	$\epsilon_{r.SUB}$	$\tan \delta_{SUB}$	$\sigma_{cond}$ (S/m)
Structure (A)	2.80 à 3.98 GHz	0.011 à 3.98 GHz	$11.02 \times 10^6$
Structure (B)	2.79 à 2.20 GHz	0.011 à 2.20 GHz	$11.02 \times 10^6$
Structure (C)	2.77 à 5.74 GHz	0.012 à 5.74 GHz	$11.02 \times 10^6$

### 3.3.3 Procédure et spécifications d'impression

#### 3.3.3.1 Procédure d'impression

La procédure de fabrication additive repose sur l'utilisation de deux logiciels de conception 3D, Ansys HFSS et DS SolidWorks (DS, France), fournis par CMC et se déroule en quatre étapes essentielles, telles qu'illustrées dans la figure 3.9 (a) :

- **Configuration de l'impression avec des fichiers CAO** : importation des modèles 3D dans le logiciel de conception pour préparer les spécifications et les paramètres de fabrication;
- **Transfert du masque** : préparation du modèle de masque pour guider l'imprimante lors de la dépose du matériau;
- **Contrôle du processus d'impression et de frittage** : programmation de l'imprimante pour déposer les matériaux selon les spécifications et choix de la technologie d'impression (couches successives, durcissement ou frittage);

- **Validation de l'impression** : tests de qualité, mesures dimensionnelles et inspections visuelles pour vérifier la conformité des objets imprimés.

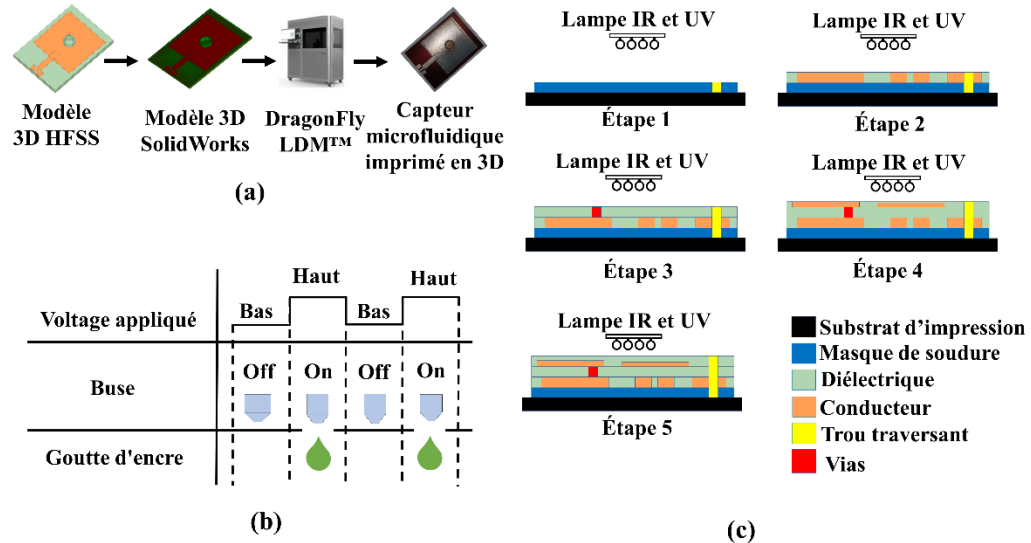


Figure 3.9 (a) Procédure, (b) principe de fonctionnement, et (c) processus d'impression 3D

La méthode 3D proposée, en tant que type d'impression à jet d'encre, utilise la technique d'impression piézoélectrique à la demande [176]. Comme le montre la figure 3.9 (b), cette technique repose sur l'application d'une tension qui crée une impulsion de compression dans l'encre pour faire sortir une gouttelette d'encre de la buse. Lorsque l'amplitude de la tension appliquée atteint une tension seuil, les buses sont activées, ce qui force l'éjection des encres.

Le processus d'impression est décrit dans la figure 3.9 (c) et se déroule de manière simultanée. Dans la première étape, une fine couche diélectrique est imprimée sur la plaque d'impression pour servir de masque de soudure. Les encres diélectriques et conductrices sont ensuite pulvérisées simultanément sur ce masque de soudure afin de former les différentes couches de la structure du capteur en suivant les motifs prédéfinis. Les encres conductrices et diélectriques sont solidifiées respectivement à l'aide de lampes IR et de lampes UV.

### 3.3.3.2 Spécifications d'impression

Les couches conductrices et diélectriques des structures proposées sont imprimées en respectant les spécifications d'impression qui sont résumées dans le tableau 3-3.

Tableau 3-3 Spécifications d'impression

Dimension maximale de structure 3D	160×160×3 mm <sup>3</sup> (x×y×z)
Épaisseur globale de la structure 3D	(0.7 – 3.0) ± 5 % mm
Épaisseur de la couche conductrice : couche du signal et du plan de masse	min : 17± 5% μm, pas de 6 μm, max : 101μm
Épaisseur de la couche diélectrique : entre deux couches conductrices	min : 25± 5% μm, pas de 6 μm, max : 3mm
Résolution de la couche conductrice	0.3 μm
Résolution de la couche diélectrique	2.6 μm

### 3.3.4 Assemblage de capteurs

Pour la réalisation de l'assemblage des capteurs en vue des mesures expérimentales, des connecteurs SMA femelle de type CONREVSMA003.062 (Linx Technologies, États-Unis) ont été utilisés. Ils ont été montés en utilisant une procédure de soudage sur les broches à l'extrémité des lignes d'alimentation. La technique de soudure à froid a été employée en utilisant une station de soudure HAKKO FM-206 (Hakko, États-Unis). La température de la station était réglée à 220°C±10°C. De plus, une pâte à souder No-Clean Sn42/Bi57.6/Ag0.4 (SMDLTLFP, États-Unis) a été utilisée. Cette pâte à souder est compatible avec les encres conductrices et diélectriques utilisées dans l'impression, garantissant ainsi de bons résultats de soudure.

### 3.4 Mesures expérimentales

Pour vérifier la validité du principe de détection et les performances des structures proposées, l'étude expérimentale est organisée en trois étapes. La première étape implique la préparation des échantillons du LUT, tandis que la deuxième étape vise à établir une configuration de mesure appropriée. Enfin, la troisième étape consiste à recueillir les données expérimentales.

#### 3.4.1 Préparations d'échantillons

Dans la première étape de notre étude, les échantillons du LUT ont été préparés, y compris les types de mélanges suivants : eau-éthanol et eau-glucose.

##### 3.4.1.1 Eau-éthanol

Les mélanges binaires d'eau-éthanol sont largement utilisés en microfluidique pour la caractérisation diélectrique des liquides à l'aide de résonateur à micro-ondes. Cette pratique repose sur plusieurs raisons. En premier lieu, ces mélanges présentent des propriétés diélectriques larges et uniques, en particulier une permittivité diélectrique variable en fonction de la concentration d'éthanol [177]. Cette variation est détectée par les résonateurs à micro-ondes, créant des conditions favorables pour tester ces derniers et permettant une caractérisation précise des propriétés diélectriques des liquides. De plus, les mélanges binaires d'eau-éthanol sont appréciés pour leur disponibilité, leur stabilité EM [178] et leur non-toxicité [179]. Ils sont également compatibles avec de nombreux matériaux de capteurs, ce qui facilite leur utilisation en laboratoire.

Pour préparer ces mélanges, de l'éthanol pur (Sigma-Aldrich, États-Unis) a été ajouté à de l'eau désionisée en utilisant une micropipette de laboratoire ainsi que d'autres équipements



de laboratoire [180]. Les mélanges ont été préparés en variant les concentrations d'éthanol dans l'eau, exprimées en fraction volumique, allant de 0% à 100%, avec un pas de 10% entre chaque échantillon [141]. Le choix de cette plage de fraction volumique est basé sur la nécessité d'obtenir une précision expérimentale des solutions tout en assurant une manipulation facile et des résultats de résolution satisfaisants. L'équation de dilution  $C_1V_1 = C_2V_2$  a été utilisée pour calculer le volume  $V_1$  de la solution standard d'éthanol de concentration  $C_1 = 100\%$  nécessaire pour atteindre les concentrations souhaitées pour les échantillons préparés de volume  $V_2 = 15\text{ ml}$  [181].

#### 3.4.1.2 Eau-glucose

Les mélanges binaires d'eau-glucose D-(+) sont largement utilisés dans le domaine médical pour tester les capteurs de glucose, en particulier les capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes [182-184]. Cette pratique présente plusieurs avantages significatifs. Tout d'abord, la concentration de glucose peut être facilement réglée, permettant ainsi la création de solutions de glucose à différentes concentrations, ce qui permet de tester la sensibilité et la précision des capteurs [185]. Deuxièmement, le glucose D-(+) est la forme de glucose la plus courante dans le sang humain [186], ce qui en fait un choix approprié pour l'évaluation des capteurs de glucose destinés à être utilisés en médecine. Troisièmement, ces mélanges sont pratiques pour une utilisation en laboratoire, car ils sont faciles à préparer et à stocker.

Dans nos études, nous avons employé des mélanges d'eau et de glucose afin de simuler la concentration réelle de glucose dans le sang pour le diabète de type 2 et d'obtenir des résultats reproductibles [187]. Cette approche est justifiée par le fait que l'eau représente environ 50 % du volume sanguin total et contient différentes quantités d'autres composants

essentiels, tels que le glucose, le Ca, le Na, le Cl et le K, qui contribuent de manière significative aux caractéristiques diélectriques du sang [188].

Pour préparer les mélanges d'eau et de glucose, de la poudre de glucose D-(+) (Sigma-Aldrich, États-Unis) a été mélangée avec de l'eau désionisée à l'aide d'une micropipette et d'autres équipements de laboratoire. 14 échantillons différents ont été préparés, couvrant les niveaux réels de concentration de glucose dans le sang pour le diabète de type 2 [189]. Ces échantillons comprenaient l'hypoglycémie, définie par des concentrations de glucose inférieures à 70 mg/dL, la normoglycémie, avec des concentrations strictement comprises entre 70 mg/dL et 140 mg/dL, et l'hyperglycémie, représentant des concentrations supérieures ou égales à 140 mg/dL.

Les 14 échantillons ont été préparés en utilisant l'équation de dilution  $C_1V_1 = C_2V_2$ , où le volume  $V_1$  a été obtenu à partir d'une solution mère de mélange d'eau-glucose avec une concentration de  $C_1 = 1000$  mg/dL, et le volume  $V_2 = 50$  ml ont été calculés en fonction des concentrations de glucose souhaitées, allant de  $C_2 = 10$  à 200 mg/dL.

### 3.4.2 Préparation de la configuration de mesure

Dans la deuxième étape de l'étude expérimentale, la préparation de l'installation de mesure a été effectuée. Tout d'abord, l'analyseur de réseau vectoriel VNA (de l'anglais « Vector Network Analyzer ») a été calibré. Dans nos études, nous avons utilisé le VNA Agilent N9928A (Keysight, États-Unis) [190] et l'avons calibré à l'aide du module de calibration d'Agilent Calkit 85521A (Keysight, États-Unis) [191] disponible à l'UQTR. Si la structure du capteur contient deux ports coaxiaux, le calibrage full-port de SLOT (de l'anglais « Short-Load-Open-Through ») a été utilisé. En revanche, si la structure ne comporte qu'un

seul port le calibrage OSL (de l'anglais « Open-Short-Load ») est préférable. Une bande de fréquence peut être choisie en fonction du principe de fonctionnement du capteur. Dans nos études, une fréquence de balayage SF (de l'anglais « Sweep Frequency ») de 801 points et plus a été choisie. Après la calibration du VNA, le capteur peut être relié au VNA via des câbles coaxiaux, comme le montre le schéma démonstratif de la figure 3.10. Afin d'éviter toutes les erreurs de mesure, la configuration doit être stable et l'environnement de température doit être contrôlé ( $25 \pm 1^\circ\text{C}$ ) dans un laboratoire.

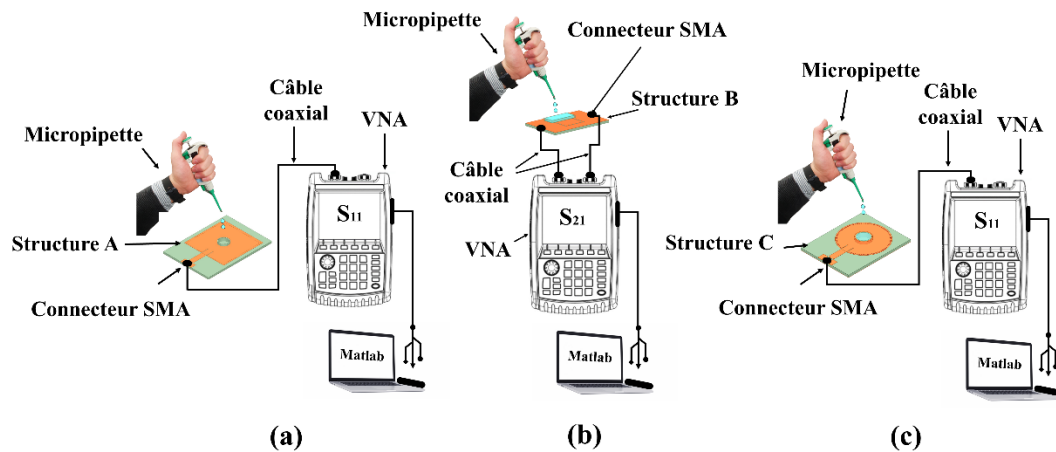


Figure 3.10 Schéma illustratif de la configuration de mesure de (a) la structure (A), (b) la structure (B), et (c) la structure (C)

### 3.4.3 *Prise de mesure*

La procédure expérimentale se déroule en plusieurs étapes clairement définies. Après la préparation des échantillons et la configuration de mesure, comme illustré dans la figure 3.10, la phase suivante consiste à réaliser les mesures. Cette étape est subdivisée en deux parties distinctes : la première étant la mesure à vide, tandis que la seconde implique la mesure en présence de liquide. Durant ces mesures, la réponse résonante des capteurs est enregistrée. Dans le cas de la mesure à vide, le conteneur d'échantillons reste vide, tandis que dans le cas

de la mesure en présence de liquide, il est rempli avec des échantillons uniformément répartis grâce à une procédure de micropipetage, garantissant ainsi une distribution homogène des échantillons dans le conteneur. Les valeurs du paramètre  $S$  correspondant à chaque échantillon sont enregistrées immédiatement après l'arrêt du micropipetage, un processus qui prend moins de 6 secondes. Ensuite, la caractéristique de résonance est établie au moyen de fonctions spécifiques utilisant MATLAB (MathWorks, États-Unis), un outil fourni par l'UQTR, qui permet d'identifier automatiquement les données correspondant au point de résonance.

Après chaque mesure d'échantillon, le conteneur d'échantillons est rincé avec de l'eau désionisée, tandis qu'un tissu de laboratoire est utilisé pour nettoyer et éliminer l'échantillon précédemment testé, assurant ainsi une comparaison équitable de la réponse résonante avant de charger le prochain échantillon [97].

### **3.5 Modèles mathématiques de détection et performances**

#### *3.5.1 Modèles mathématiques de détection*

Les modèles mathématiques sont largement utilisés dans le domaine des capteurs microfluidiques, offrant de nombreux avantages. Ils permettent de mesurer la réponse résonante du capteur en fonction de différentes grandeurs mesurées telles que la permittivité relative ou la concentration. Il est impératif de développer un modèle de conversion numérique pour caractériser ces grandeurs en fonction de la réponse du capteur. Les modèles mathématiques offrent une approche efficace pour interpréter et analyser les données de mesure, permettant une meilleure compréhension des phénomènes physiques impliqués. De plus, ces modèles permettent de prédire avec précision les résultats des mesures pour des

conditions expérimentales spécifiques, contribuant ainsi à une optimisation des performances du capteur. La littérature [6] propose différents modèles mathématiques qui ont été développés et utilisés en fonction des besoins de l'application, notamment les modèles des moindres carrés et la régression linéaire.

### 3.5.1.1 *Modèle des moindres carrés*

Pour la détection et la caractérisation de la permittivité complexe des mélanges binaires de solutions aqueuses, tels que l'eau-éthanol, les capteurs utilisent des modèles des moindres carrés. Ces modèles présentent l'avantage significatif de prendre en compte les tolérances du dispositif fabriqué [6].

Pour développer ces modèles, il est nécessaire de mesurer la fréquence de résonance ( $f_r$ ) et l'atténuation maximale ( $|S_{ij}|_{max}$ ) de réflexion ou de transmission du paramètre S, qui sont liées à la permittivité relative complexe ( $\epsilon_{r,LUT} = \epsilon'_{r,LUT} - j\epsilon''_{r,LUT}$ ,  $j = \sqrt{-1}$ ). Les termes  $\epsilon'_{r,LUT}$  et  $\epsilon''_{r,LUT}$  représentent respectivement la partie réelle et imaginaire de la permittivité  $\epsilon_{r,LUT}$ . Les valeurs de la permittivité ont été extraites en utilisant la référence [174] ] à la fréquence de résonance à vide. Cette référence représente une source clé dans la littérature pour la mesure de la permittivité des mélanges binaires d'eau-éthanol.

L'ajustement non linéaire des moindres carrés est utilisé pour dériver une équation décrivant variation de la réponse comportementale de ( $\Delta f_r$ ) et l'atténuation maximale ( $\Delta |S_{ij}|_{max}$ ) de réflexion [44, 192] ou de transmission [41, 154] par rapport à la variation ( $\Delta \epsilon'_{r,LUT}$ ) et ( $\Delta \epsilon''_{r,LUT}$ ), comme suit [24, 25] :

$$\begin{bmatrix} \Delta f_r \\ \Delta |S_{ij}|_{max} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta \varepsilon'_{r,LUT} \\ \Delta \varepsilon''_{r,LUT} \end{bmatrix} \quad (3.12)$$

Dans ce modèle, les équations suivantes peuvent être utilisées :

$$\Delta \varepsilon'_{r,LUT} = \varepsilon'_{r,LUT} - \varepsilon'_{r,ref} \text{ et } \Delta \varepsilon''_{r,LUT} = \varepsilon''_{r,LUT} - \varepsilon''_{r,ref} \quad (3.13)$$

$$\Delta f_r = f_r - f_{ref} \text{ et } \Delta |S_{ij}|_{max} = |S_{ij}|_{max} - |S_{ij}|_{ref} \quad (3.14)$$

Dans ces équations, les indices "LUT" sont utilisés pour désigner l'échantillon, tandis que l'indice "ref" fait référence au mélange de référence. Plus précisément, le mélange ayant une fraction volumique d'éthanol de 50% est utilisé comme référence. Les indices  $i$  et  $j$  varient de 1 à 2 en fonction de l'utilisation de la réflexion ou de la transmission. Dans ce contexte, les valeurs dans les équations peuvent être définies comme suit :  $\varepsilon'_{r,LUT}$ ,  $\varepsilon'_{r,ref}$  et  $\varepsilon''_{r,LUT}$ ,  $\varepsilon''_{r,ref}$  représentent respectivement la partie réelle et imaginaire de la permittivité des échantillons et de leur référence. Quant à  $f_r$ ,  $f_{ref}$  et  $|S_{ij}|_{max}$ ,  $|S_{ij}|_{ref}$  ils reflètent respectivement les valeurs de fréquence de résonance et l'atténuation maximale associées aux échantillons et à la référence.

La détermination des coefficients inconnus  $m_{11}$ ,  $m_{12}$ ,  $m_{21}$  et  $m_{22}$  peut fournir un aperçu de la manière dont les variations dans  $\varepsilon'_{r,LUT}$  et  $\varepsilon''_{r,LUT}$  se traduisent par des variations dans  $f_r$  et  $|S_{ij}|_{max}$ . Pour estimer ces coefficients inconnus, la méthode des moindres carrés peut être employée en se fondant sur les ensembles de données des mélanges binaires testés. Cette méthode, détaillée dans les références [24, 25], permettra d'approximer les coefficients inconnus à l'aide de trois matrices construites à partir des données sur  $\varepsilon_{r,LUT}$  extraites dans [174], des données mesurées de  $f_r$  et  $|S_{ij}|_{max}$  :

$$X = \begin{bmatrix} \Delta\varepsilon'_{r.LUT1} & \Delta\varepsilon''_{r.LUT1} \\ \Delta\varepsilon'_{r.LUT2} & \Delta\varepsilon''_{r.LUT2} \\ \Delta\varepsilon'_{r.LUT3} & \Delta\varepsilon''_{r.LUT3} \\ \Delta\varepsilon'_{r.LUT4} & \Delta\varepsilon''_{r.LUT4} \\ \vdots & \vdots \\ \Delta\varepsilon'_{r.LUT11} & \Delta\varepsilon''_{r.LUT11} \end{bmatrix}; Y_1 = \begin{bmatrix} \Delta f_{r1} \\ \Delta f_{r2} \\ \Delta f_{r3} \\ \Delta f_{r4} \\ \vdots \\ \Delta f_{r11} \end{bmatrix}; Y_2 = \begin{bmatrix} \Delta|S_{ij}|_{max1} \\ \Delta|S_{ij}|_{max2} \\ \Delta|S_{ij}|_{max3} \\ \Delta|S_{ij}|_{max4} \\ \vdots \\ \Delta|S_{ij}|_{max11} \end{bmatrix} \quad (3.15)$$

La dimension des matrices reflète le nombre de mélanges utilisés dans notre étude, soit 11 échantillons d'eau-éthanol. Les coefficients inconnus peuvent être calculés à l'aide de MATLAB à partir de :

$$[m_{11} \quad m_{12}]^T = (X^T X)^{-1} X^T Y_1 \quad \text{et} \quad [m_{21} \quad m_{22}]^T = (X^T X)^{-1} X^T Y_2 \quad (3.16)$$

Après avoir identifié les coefficients inconnus, le processus d'inversion du modèle (3.12) permet de dériver le modèle (3.17) spécifique au capteur de détection. Ce modèle permet ensuite d'estimer précisément les valeurs de permittivité diélectrique des échantillons du LUT.

$$\begin{bmatrix} \Delta\varepsilon'_{r.LUT} \\ \Delta\varepsilon''_{r.LUT} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{bmatrix}^{-1} \begin{bmatrix} \Delta f_r \\ \Delta|S_{ij}|_{max} \end{bmatrix} \quad (3.17)$$

Il convient de souligner que le facteur de qualité ( $Q_r$ ) peut être utilisé à la place de l'atténuation maximale ( $|S_{ij}|_{max}$ ) pour développer des modèles de détection, comme présentés dans les travaux [148, 193].

### 3.5.1.2 Modèle de régression linéaire

Les modèles mathématiques couramment utilisés dans les applications de détermination de la concentration de glucose dans des solutions aqueuses comprennent les modèles de

régression linéaire [21, 131, 194] et de courbes d'ajustement polynomiales [15, 27, 97, 195]. Ces modèles sont largement utilisés en raison de leur facilité d'utilisation. Il est possible de calculer ces modèles à partir des données mesurées en utilisant MATLAB par :

$$G_{con} = \Delta f_r + b \text{ Ou } G_{con} = a\Delta S_{11}^2 + b\Delta S_{11} + c \quad (3.18)$$

Les coefficients  $a$ ,  $b$  et  $c$  peuvent être déterminés en utilisant des courbes de régression pour les équations correspondantes. Il est important de noter que la réponse du capteur utilisé dans ces équations peut varier en fonction du principe et des paramètres de détection.

### 3.5.2 Analyse de performances de détection

Les différents aspects liés aux performances des capteurs ont été largement explorés dans la littérature, comme indiqué dans la référence [8]. Parmi les critères examinés figurent la sensibilité, la plage dynamique, la sélectivité, la précision et la répétabilité.

#### 3.5.2.1 Sensibilité

La sensibilité du capteur se traduit par la variation de la réponse mesurée en fonction des variations de la grandeur mesurée, qui représente la capacité du capteur à détecter de légères variations dans les propriétés du LUT étudié [45]. Pour évaluer cette sensibilité, on mesure la fréquence de résonance du capteur dans deux situations : lorsqu'il est vide et lorsqu'il est rempli avec le LUT. Le capteur vide sert généralement de référence, car les valeurs des propriétés diélectriques telles que la permittivité relative et la tangente de perte dans l'air sont bien connues. Lorsque le LUT est introduit dans la zone sensible du capteur, la caractéristique de résonance est modifiée en fonction de ses propriétés diélectriques. Les formules de calcul



de la sensibilité peuvent différer d'une application à une autre. Pour les deux applications examinées, elles seront abordées comme suit.

### 3.5.2.1.1 Caractérisation de la permittivité complexe

La sensibilité ( $S$ ) des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes développés pour la caractérisation des liquides tels que les mélanges eau-éthanol peut être calculée à partir des références [24, 55, 196-199]:

$$S = \frac{f_{empty} - f_{\varepsilon_{r.LUT}}}{\varepsilon_{r.LUT} - 1} \quad (3.19)$$

Dans cette équation, la permittivité de l'échantillon rempli est représentée par  $\varepsilon_{r.LUT}$  et celle du capteur vide est représentée par 1. La fréquence de résonance du capteur vide est désignée par  $f_{empty}$ , tandis que la fréquence de résonance de l'échantillon rempli est indiquée par  $f_{\varepsilon_{r.LUT}}$ .

Pour garantir une comparaison équitable de la sensibilité avec d'autres travaux de la littérature, il est essentiel de normaliser cette sensibilité par rapport à la fréquence de résonance du capteur vide, en considérant sa valeur moyenne. Cette normalisation est nécessaire en raison des variations absolues significatives de la fréquence de résonance par rapport à la permittivité relative des capteurs conçus pour les hautes fréquences.

La sensibilité normalisée peut être calculée en utilisant les références [20, 24, 196] :

$$S(\%) = \frac{f_{empty} - f_{\varepsilon_{r.LUT}}}{f_{empty}(\varepsilon_{r.LUT} - 1)} \quad (3.20)$$

La valeur moyenne de la sensibilité représente la moyenne de toutes les sensibilités des échantillons du LUT testé, exprimée comme la sensibilité moyenne  $S_{avg}$  [200] :

$$S_{avg}(\%) = \frac{1}{n} \sum \frac{f_{empty} - f_{\varepsilon_r.LUT}}{f_{empty}(\varepsilon_r.LUT - 1)} \quad (3.21)$$

Où  $n$  représente le nombre d'échantillons testés, correspondant aux mélanges dont la fraction d'éthanol varie de 0 % à 100 %.

### 3.5.2.1.2 Détermination de la concentration

Pour les capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes conçus spécifiquement pour déterminer la concentration d'une solution aqueuse de glucose, la sensibilité de ces capteurs peut être déterminée en mesurant la variation de la fréquence de résonance par unité de variation de la concentration de glucose testée. En d'autres termes, la sensibilité ( $S$ ) du capteur est déterminée par la variation de la fréquence de résonance ( $\Delta f_r$ ) ou la variation de l'atténuation maximale ( $\Delta |S_{11}|_{max}$ ) observée pour chaque variation unitaire de la concentration de glucose ( $\Delta G_{con}$ ) [21, 39, 131, 132, 201], comme décrit par les équations suivantes :

$$S(MHz/(mg/dL)) = \frac{\Delta f_{r,con2} - \Delta f_{r,con1}}{G_{con2} - G_{con1}} \quad (3.22)$$

$$S(dB/(mg/dL)) = \frac{\Delta |S_{11}|_{max2} - \Delta |S_{11}|_{max1}}{G_{con2} - G_{con1}} \quad (3.23)$$

Où les fréquences  $f_{con2}$  et  $f_{con1}$  représentent respectivement les deux points de fréquence, tandis que  $|S_{11}|_{max1}$  et  $|S_{11}|_{max2}$  représentent les deux points d'atténuation associés à la variation des concentrations  $G_{con2}$  et  $G_{con1}$ .

### 3.5.2.2 *Plage dynamique d'entrée et de sortie*

La plage dynamique d'entrée et de sortie correspond à la gamme de valeurs de la grandeur mesurée que le capteur est capable de détecter, et elle est liée à la plage générée dans la variable de réponse mesurée du capteur. Les plages dynamiques de la grandeur mesurée en entrée et de la réponse mesurée sont interconnectées par le modèle mathématique de détection du capteur. Il est important de souligner que la plage dynamique est souvent limitée par des effets de saturation.

### 3.5.2.3 *Sélectivité*

La sélectivité d'un capteur se mesure à sa capacité à identifier précisément une grandeur mesurée spécifique, même face à des stimuli incontrôlables ou à des mesures multigrandeurs. Par exemple, si un capteur mesure la concentration de différentes substances dans un mélange, il est crucial que chaque substance n'exerce pas une influence similaire sur la réponse mesurée, car cela compromettrait la sélectivité du capteur. Les approches courantes pour évaluer cette sélectivité incluent des tests croisés, l'utilisation de régression multivariée pour quantifier les relations avec les concentrations, des tests de perturbation avec des variations contrôlées, et l'exposition à des mélanges similaires mais différents. L'utilisation conjointe de ces méthodes offre une évaluation approfondie de la sélectivité des capteurs, en vérifiant si la réponse mesurée est suffisante pour différencier plusieurs valeurs de la grandeur mesurée.

### 3.5.2.4 *Précision*

La précision se définit comme le degré de proximité entre la valeur mesurée ou prédite par le capteur et la valeur réelle de la grandeur mesurée. Parmi les méthodes d'évaluation de

la précision, le pourcentage de l'erreur de mesure ou prédite ( $E$ ) peut être utilisé, et elle peut être calculée à l'aide de l'équation suivante [202] :

$$E(\%) = \frac{Valeur_{mesurée} - Valeur_{réelle}}{Valeur_{réelle}} \times 100 \quad (3.24)$$

#### 3.5.2.5 Répétabilité

La répétabilité d'un capteur fait référence à sa capacité à produire des réponses mesurées identiques ou très similaires lorsqu'une même valeur de la grandeur mesurée en entrée est appliquée de manière répétée. Elle permet d'évaluer la cohérence et la stabilité de la réponse du capteur dans des conditions identiques. On évalue la répétabilité en effectuant plusieurs mesures successives avec la même valeur d'entrée et en comparant les résultats obtenus. L'écart-type SD (de l'anglais « Standard Deviation ») des mesures successives peuvent être utilisé comme un indicateur pour évaluer la répétabilité du capteur.

# Chapitre 4 - Résultats de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes réalisés pour l'analyse des liquides

## 4.1 Capteur microfluidique à résonateur SIW pour l'analyse de liquide binaire d'eau-éthanol

### 4.1.1 Prototype du capteur

La figure 4.1 (a) expose le prototype 3D de la structure (A) du capteur microfluidique à résonateur SIW, tandis que la configuration de mesure est illustrée à la figure 4.1 (b) [44].

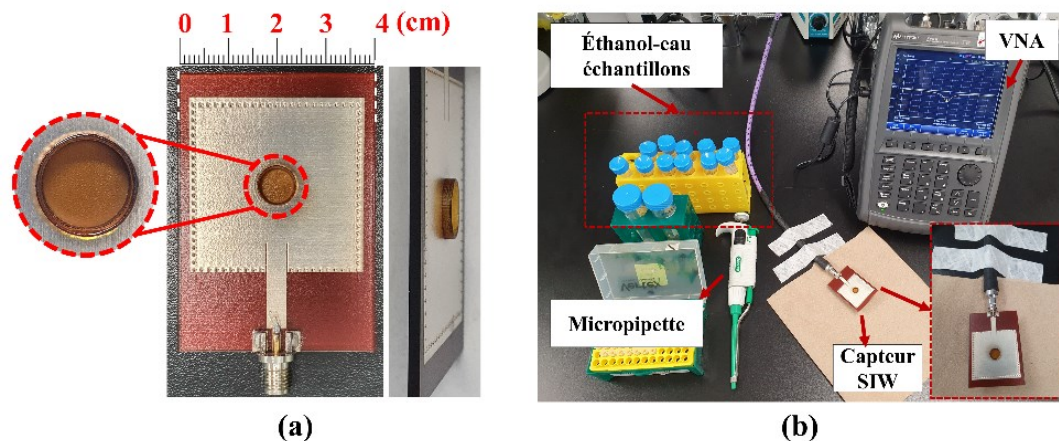


Figure 4.1 (a) Prototype de la structure (A) (b) configuration de mesure

La configuration comprend un VNA et différents échantillons du LUT contenant un mélange binaire d'eau-éthanol avec une fraction allant de 0% à 100% d'éthanol dans l'eau par incréments de 10%. Une micropipette est utilisée pour injecter le LUT dans le conteneur d'échantillons.

## 4.1.2 Résultats expérimentaux

### 4.1.2.1 Mesure à vide

Les résultats de la mesure à vide sont présentés à la figure 4.2 (a). Laquelle illustre la cohérence de fréquence de résonance ( $f_r$ ) du capteur SIW en mode fondamental  $TE_{101}$  pour la simulation numérique et la mesure expérimentale. Les valeurs  $f_r$  sont de l'ordre de 3.976 GHz et 3.980 GHz respectivement pour la simulation et la mesure. Ainsi qu'une atténuation maximale du coefficient de réflexion ( $-|S_{11}|_{max}$ ) d'environ -19.95 dB et -19.31 dB, respectivement.

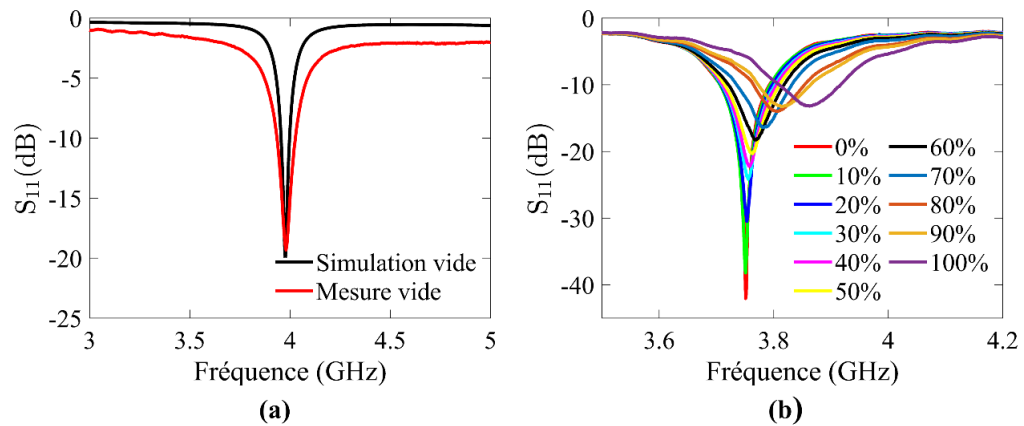


Figure 4.2 Réponses de réflexion mesurées  $S_{11}$  (a) à vide (b) pour différentes fractions volumiques d'éthanol dans l'eau.

### 4.1.2.2 Mesure en présence du LUT

La figure 4.2 (b) montre l'évolution de  $S_{11}$  en fonction de la fraction volumique d'éthanol allant de 0% à 100%. Cette variation s'explique par l'impact de la caractéristique diélectrique du LUT sur la réponse de résonance du capteur comme décrit dans la théorie des perturbations exposée dans le chapitre 3. Les résultats montrent un décalage de fréquence ( $\Delta f_r$ ) de 112 MHz pour une variation de la fraction volumique d'éthanol de 0% à 100%,

tandis que pour un conteneur d'échantillons vide est de 235 MHz. De plus, la largeur de bande augmente, le facteur de qualité diminue et l'atténuation maximale diminue lorsque la fraction volumique d'éthanol augmente en raison de la perte diélectrique plus élevée des échantillons du LUT. Cette perte diélectrique est en effet plus importante pour l'éthanol à 100% (éthanol pur) que pour l'eau désionisée à 0% comme le démontre [174], ce qui explique l'augmentation de la perte diélectrique avec la fraction volumique d'éthanol.

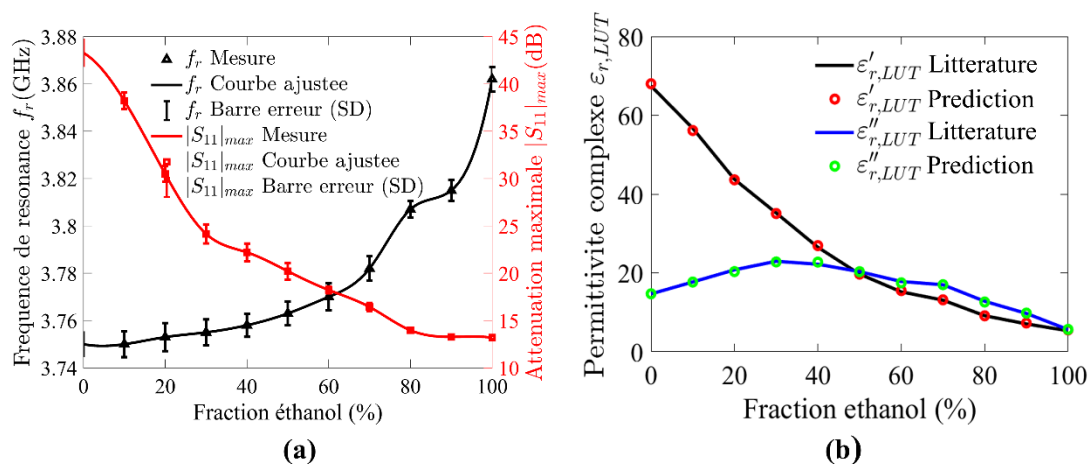


Figure 4.3 (a) Mesure de la fréquence de résonance et de l'atténuation maximale (b) prédiction de la permittivité complexe en fonction des fractions volumiques d'éthanol

La figure 4.3 (a) illustre la variation de  $f_r$  et  $|S_{11}|_{max}$  en fonction de la fraction volumique d'éthanol. Comme le montre la figure, ces variations ont une tendance proportionnelle à la concentration d'éthanol dans le mélange. En effet,  $f_r$  augmente avec l'augmentation de la fraction volumique d'éthanol ce qui a pour conséquence une réduction de  $|S_{11}|_{max}$ . La non-linéarité observée dans les courbes de  $f_r$  et  $|S_{11}|_{max}$  suit la fonction de perte non linéaire des mélanges éthanol-eau [174]. De plus, la variation relative marquée de  $f_r$  lorsque la fraction volumique d'éthanol atteint 70 % est due à la variation de la permittivité complexe des mélanges éthanol-eau, comme indiqué dans le tableau 4-1.

Tableau 4-1 Comparaison de la permittivité complexe prédite et réelle

Éthanol-eau Fraction (%)	Eau-éthanol Fraction (%)	$\varepsilon'_{r,LUT}$ Litt.	$\varepsilon'_{r,LUT}$ Prédi.	Erreur (%)	$\varepsilon''_{r,LUT}$ Litt.	$\varepsilon''_{r,LUT}$ Prédi.	Erreur (%)
0	100	67.44	67.99	00.82	14.66	14.68	00.19
10	90	56.70	56.13	00.99	17.69	17.67	00.09
20	80	43.74	43.62	00.26	20.77	20.32	02.13
30	70	35.21	35.07	00.39	22.95	22.77	00.75
40	60	26.50	26.91	01.55	22.19	22.74	02.48
50	50	19.69	19.69	00.00	20.31	20.31	00.00
60	40	15.18	15.50	02.13	17.80	17.47	01.85
70	30	13.08	13.16	00.65	16.99	17.00	00.06
80	20	09.13	09.10	00.25	12.79	12.60	01.41
90	10	07.05	07.27	03.18	09.71	09.79	00.84
100	0	05.30	05.52	04.26	05.61	05.65	00.80

L'écart-type SD est calculé à partir des données de cinq mesures pour  $f_r$  et  $|S_{11}|_{max}$ . Le SD maximal sur la courbe de la barre d'erreur pour  $f_r$  atteint  $\pm 0.0059$  GHz à la fraction volumique de 20 %, tandis que pour  $|S_{11}|_{max}$ , il de  $\pm 1.5$  dB à la fraction volumique de 0 % (eau désionisée). La variabilité numérique entre les cinq résultats de test est faible, indiquant une erreur de mesure de la concentration du mélange également faible. Ainsi, le capteur proposé présente une bonne répétabilité de mesure.

La différence de niveau de décalage de  $f_r$  entre les mesures consécutives est suffisante pour les petites fractions volumiques d'éthanol, avec une différence maximale de 47 MHz observée entre la fraction volumique de 90% et 100%. Ceci démontre le potentiel de haute sélectivité du capteur proposé pour la détection et la caractérisation de l'éthanol dans les solutions d'eau dans diverses applications.



#### 4.1.3 Caractérisation de la permittivité et modèle de détection

Comme il est expliqué dans la sous-section 3.5.1, la permittivité complexe ( $\varepsilon_{r,LUT} = \varepsilon'_{r,LUT} - j\varepsilon''_{r,LUT}$ ), la fréquence de résonance ( $f_r$ ) et l'atténuation maximale ( $|S_{11}|_{max}$ ) sont liées à des fonctions non linéaires. Ces fonctions présentent le modèle mathématique prédictif de la détection:

$$\begin{bmatrix} \Delta\varepsilon'_{r,LUT} \\ \Delta\varepsilon''_{r,LUT} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 8.67400 & 2.1412 \\ -202.9240 & -0.2929 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta f_r \\ \Delta|S_{11}|_{max} \end{bmatrix} \quad (4.1)$$

La figure 4.3 (b) et le tableau 4-1 permettent de comparer les valeurs de permittivité complexe obtenues à partir du modèle prédictif (4.1) avec les valeurs réelles provenant de la référence [174]. Cette comparaison révèle une correspondance satisfaisante entre les résultats obtenus à l'aide du capteur proposé et les valeurs de référence. Une incertitude maximale a été identifiée pour la prédiction de la partie réelle ( $\varepsilon'_{r,LUT}$ ) de la permittivité complexe lorsqu'il est question d'éthanol pur. En effet,  $\varepsilon'_{r,LUT}$  obtenu par le modèle prédictif est de 5.30, tandis que la valeur réelle est de 5.52 ce qui correspond à une erreur de l'ordre de 4.26 %. Pour la partie imaginaire ( $\varepsilon''_{r,LUT}$ ) de la permittivité complexe, l'incertitude maximale a été relevée pour une fraction de volume d'éthanol de 40 % où  $\varepsilon''_{r,LUT}$  prédite par le modèle est de 22.19 alors que la valeur réelle est de 22.74 correspondants à une erreur de 2.48 %. Les résultats obtenus attestent de la précision du modèle (4.1).

Pour déterminer la sensibilité, la valeur moyenne de la sensibilité du capteur a été calculée en prenant en compte les sensibilités normalisées pour toutes les fractions d'éthanol dans le mélange eau-éthanol, allant de 0% à 100%. Une sensibilité moyenne  $S_{avg}(\%)$  d'environ 0.345% a été obtenue.

Dans cette section, une nouvelle approche a été présentée pour les applications microfluidiques de détection en utilisant la technologie de fabrication 3D. Cette méthode implique l'utilisation d'un résonateur SIW micro-ondes pour extraire la permittivité complexe des mélanges éthanol-eau. Les résultats obtenus ont démontré l'efficacité de ce capteur dans la caractérisation des propriétés diélectriques des liquides. Cette approche novatrice trouve des applications diverses, notamment dans la détermination des concentrations de glucose dans des solutions aqueuses, en exploitant les interactions des champs E avec les liquides biologiques. La prochaine section se concentrera spécifiquement sur cette application particulière.

## 4.2 Capteur microfluidique à résonateur SIW pour la détection du glucose

### 4.2.1 Prototype du capteur

Afin d'évaluer la capacité de détection de la structure (A) pour la concentration de glucose chez les diabétiques de type 2, une configuration a été mise en place, comme le montre la figure 4.4 [203].

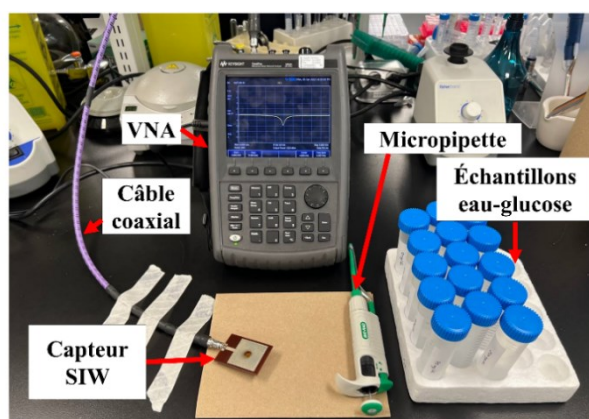


Figure 4.4 Configuration pour la détermination de la concentration de glucose

Cette configuration est similaire à celle de la section précédente, composée d'un VNA, mais les échantillons d'eau-éthanol ont été remplacés par des échantillons eau-glucose avec une gamme de concentration de 10 mg/dL à 200 mg/dL, ce qui permet de simuler la concentration de glucose pour le diabète de type 2 et donc de couvrir les trois gammes de concentration expliquées dans la sous-section 3.4.1.

#### 4.2.2 Résultats expérimentaux

##### 4.2.2.1 Mesure en présence du LUT

Des mesures ont été réalisées pour différentes concentrations de glucose  $G_{con}$ . Les résultats de ces tests ont été représentés graphiquement sur la figure 4.5, qui présente les changements observés dans les réponses du coefficient de réflexion  $S_{11}$  pour les échantillons testés. Il a été constaté que les atténuations maximales diminuent à mesure que la concentration en glucose augmente. Traduisant ainsi de subtiles variations dans les propriétés diélectriques des échantillons de glucose.

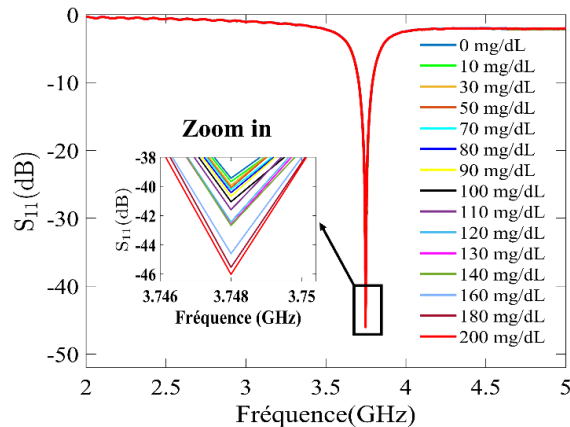


Figure 4.5 Réponses de réflexion mesurées  $S_{11}$  en fonction de la fréquence pour les concentrations de glucose testées  $G_{con}$

Après l'enregistrement des résultats de  $S_{11}$ , une analyse de régression a été effectuée pour évaluer le décalage de l'atténuation maximale  $\Delta S_{11}$  en fonction des différentes concentrations  $G_{con}$  testées. La figure 4.6 (a) illustre une corrélation linéaire satisfaisante entre  $\Delta S_{11}$  et  $G_{con}$ , avec un coefficient de détermination ( $R^2$ ) élevé d'environ 0.989. Cette linéarité suit les fonctions linéaires des propriétés diélectriques des solutions eau-glucose [204, 205].

L'écart-type (SD) pour  $\Delta S_{11}$  est déterminé en se basant sur les données de cinq mesures. Le maximum SD de courbe de la barre d'erreur est  $\pm 0.41$  dB, observé à une concentration de 80 mg/dL. La faible variabilité numérique entre les résultats des trois mesures témoigne d'une faible erreur, ce qui indique que le capteur proposé présente une bonne répétabilité de mesure.

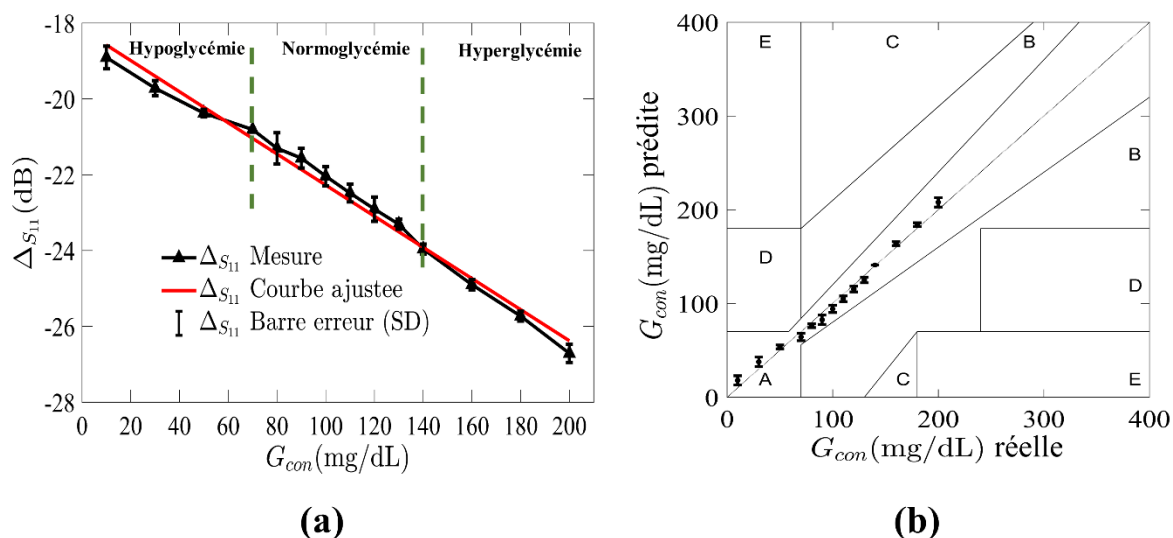


Figure 4.6 (a) Décalage de l'atténuation maximale mesurée  $\Delta S_{11}$  en fonction de la concentration de glucose testée  $G_{con}$  (b) Grille d'erreur de Clarke obtenue à partir des concentrations de glucose testées

La différence entre les niveaux de  $\Delta S_{11}$  est significative, en particulier pour les faibles valeurs de  $G_{con}$ . Cette différence atteint une amplitude maximale de 0.98 dB dans la plage d'hyperglycémie entre les concentrations de 180 et 200 mg/dL. Cette observation met en évidence le potentiel de sélectivité élevée du capteur proposé pour la détection et la détermination de la concentration de glucose dans les applications destinées aux personnes atteintes de diabète de type 2.

#### 4.2.3 Détermination de la concentration et modèle de détection

Afin de développer un modèle mathématique prédictif du capteur, les données de l'analyse de régression ont été utilisées, ce qui se traduit par l'équation suivante :

$$G_{con}(mg/dL) = -24.3487 \times \Delta S_{11}(dB) - 442.4154 \quad (4.2)$$

Pour évaluer la précision et la fiabilité du capteur dans le contexte de la surveillance du glucose, une méthode d'analyse basée sur la grille d'erreur de Clarke a été mise en œuvre. Cette approche, introduite par le biologiste Clarke en 1987 pour évaluer les performances des glucomètres commerciaux [206], permet d'examiner la signification clinique des différences entre les techniques de mesure du glucose testées et les mesures de référence du glucose. Dans ce cadre, les concentrations réelles de glucose, affichées sur l'axe des abscisses, sont comparées aux concentrations prédites par le modèle mathématique développé, affichées sur l'axe des ordonnées. La conformité entre les deux soit idéalement représentée par la diagonale, indiquant une correspondance parfaite, tandis que les positions au-dessus ou en dessous de cette ligne signalent respectivement une surestimation ou une sous-estimation des valeurs réelles.

La grille de Clarke organise les erreurs de mesure de glucose en cinq zones (A, B, C, D, E), évaluant leur impact sur le traitement clinique. La zone A cible des imprécisions sous les 20%. La zone B accepte des erreurs légèrement au-delà de 20%, jugées toujours acceptables cliniquement, car elles n'altèrent pas significativement l'interprétation du statut glycémique. Quant aux zones C à E, elles indiquent des écarts potentiellement dangereux pour le patient, illustrant des mesures significativement faussées pouvant mener à des choix thérapeutiques inappropriés, avec des risques importants pour la santé.

Tableau 4-2 Comparaison de la concentration de glucose prédite et réelle

	$G_{con}$ Réelle (mg/dL)	$G_{con}$ Prédite (mg/dL)	Erreur (SD)	$\Delta S_{11}$ (dB)
Hypoglycémie	10	17.9455	5.6183	-18.9070
	30	37.6874	5.4358	-19.7178
	50	53.6699	2.5950	-20.3742
	70	64.2445	4.0697	-20.8085
Normoglycémie	80	76.2557	2.6476	-21.3018
	90	82.5937	5.2370	-21.5621
	100	94.1837	4.1127	-22.0381
	110	105.0432	3.5049	-22.4841
	120	115.3403	3.2949	-22.907
Hyperglycémie	130	125.0676	3.4877	-23.3065
	140	140.9819	0.6943	-23.9601
	160	163.8575	2.7276	-24.8996
	180	184.0961	2.8963	-25.7308
	200	208.0017	5.6580	-26.7126

Selon l'analyse présentée dans la figure 4.6 (b) et les données exposées dans le tableau 4-2, l'intégralité des valeurs capturées par le capteur réside exclusivement dans la zone A. Ce résultat, où 100% des mesures s'alignent parfaitement avec les normes standards recommandées, surpasse les attentes des systèmes de mesure du glucose qui ambitionnent de localiser au moins 95% des lectures dans les zones A et B cumulées. L'objectif étant

idéalement de maximiser la proportion de ces valeurs en zone A. Ces performances illustrent efficacement la fiabilité du capteur pour la surveillance du glucose, en accord avec les critères établis. En outre, la comparaison entre les valeurs prédites et les valeurs réelles révèle un écart-type (SD) minimal, ne dépassant pas  $\pm 5.6$  mg/dL pour une concentration en glucose de 200 mg/dL. Cette faible marge d'erreur, associée aux résultats obtenus, atteste de la précision du modèle mathématique et de l'efficacité du capteur dans la détermination exacte de la concentration en glucose, renforçant leur pertinence dans les dispositifs de surveillance glycémique.

En utilisant les données obtenues à partir des mesures effectuées, la sensibilité du capteur a été calculée. Ce calcul permet de quantifier la variation de la réponse du capteur en fonction des changements de concentration du glucose. Dans cette étude spécifique, la sensibilité du capteur a été évaluée et a été mesurée à 0.0417 dB/(mg/dL). Cette valeur indique que chaque variation de 1 mg/dL dans la concentration de glucose entraîne une variation de 0.0417 dB dans la réponse du capteur.

Dans cette section, une nouvelle application de la détection microfluidique utilisant la structure (A) a été validée, à savoir la détermination de la concentration de glucose dans des solutions aqueuses représentant les concentrations du diabète de type 2 avec une bonne sensibilité et précision de mesure.

### 4.3 Capteur microfluidique à résonateur CSRR optimisé pour l'analyse de liquide binaire d'eau-éthanol

#### 4.3.1 Prototype du capteur

Le prototype de la structure (B) du capteur microfluidique CSRR est illustrée à la figure 4.7 (a) et la configuration de mesure à la figure 4.7 (b) qui consiste en les mêmes éléments de la configuration de mesure de la structure (A).

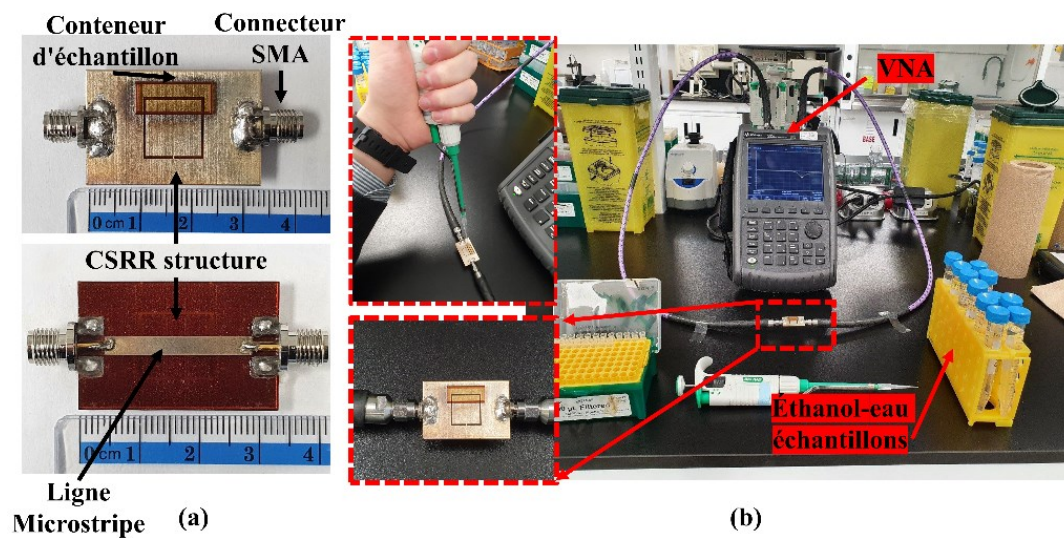


Figure 4.7 (a) Prototype de la structure (B) du résonateur CSRR (b) configuration de mesure

#### 4.3.2 Résultats expérimentaux

##### 4.3.2.1 Mesure à vide

Le résultat de la mesure du capteur CSRR dans le cas d'un conteneur d'échantillons vide est exposé à la figure 4.8, qui montre la cohérence entre la mesure et la simulation avec une fréquence de résonance autour de 2.205 GHz et une atténuation maximale du coefficient de transmission ( $-|S_{21}|_{max}$ ) d'environ -17.15 dB.



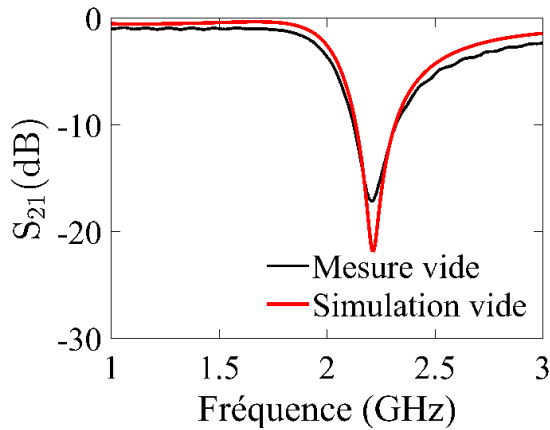


Figure 4.8 Réponses de transmission  $S_{21}$  à vide

#### 4.3.2.2 Mesure en présence du LUT

Pour réaliser l'expérience de calibration du capteur, des mélanges eau-éthanol avec une fraction d'eau de 10 % à 90 % avec un pas de 20% ont été utilisés et leurs réponses de transmission sont enregistrées et présentées dans la figure 4.9 (a). La fréquence de résonance ( $f_r$ ) et l'atténuation maximale ( $|S_{21}|_{max}$ ) correspondantes sont illustrées sur la figure 4.9 (b). Comme le montrent les graphiques, la présence du LUT influence à la fois  $f_r$  et  $|S_{21}|_{max}$ . Au fur et à mesure que la fraction de volume d'eau augmente de 10% à 90%,  $f_r$  passe progressivement de 1.633 GHz à 1.049 GHz, tout en présentant une valeur minimale à une fraction de volume d'eau de 30 %. Notamment, la non-linéarité de  $f_r$  et  $|S_{21}|_{max}$  en fonction des fractions de volume d'eau est expliquée par la propriété diélectrique non linéaire du mélange eau-éthanol [177, 207].

Ces variations ont été considérées comme le principe de détection du capteur et ont été utilisées pour effectuer la calibration et développer le modèle mathématique prédictif de détection. La disparité des niveaux de décalage de  $f_r$  entre les mesures de calibration présente une amplitude maximale de 320 MHz, remarquée entre les fractions volumiques de 10% et

30%. Cette différence est amplement significative pour distinguer les réponses du capteur, illustrant ainsi le potentiel de grande sélectivité du capteur proposé pour la détection et la caractérisation.

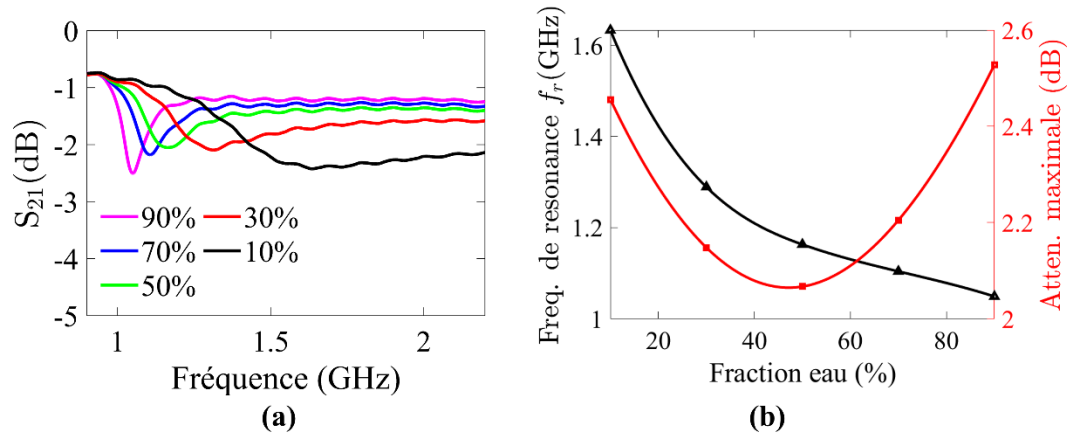


Figure 4.9 (a) Réponses de transmission mesurées  $S_{21}$  de la calibration (b) fréquence de résonance et atténuation maximale correspondantes

#### 4.3.3 Caractérisation de la permittivité et modèle de détection

En utilisant l'ensemble des mesures de calibration, le modèle mathématique prédictif pour la caractérisation de la permittivité complexe est développé et donné par :

$$\begin{bmatrix} \Delta \varepsilon'_{r,LUT} \\ \Delta \varepsilon''_{r,LUT} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -103.6293 & 50.4932 \\ 9.0223 & -7.2976 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta f_r \\ \Delta |S_{21}|_{max} \end{bmatrix} \quad (4.3)$$

Pour valider ce modèle (4.3) de détection, des mesures ont été effectuées sur de nouveaux échantillons eau-éthanol avec une fraction de volume d'eau de 0% à 100% avec un pas de 20%.

Les résultats sont exposés dans la figure 4.10 (a), tandis que les valeurs de  $f_r$  et  $|S_{21}|_{max}$  correspondantes sont présentées dans la figure 4.10 (b). Les valeurs mesurées de  $f_r$  et  $|S_{21}|_{max}$  ont été substituées dans (4.3) pour extraire les valeurs de  $\varepsilon_{r,LUT}$  qui sont ensuite

comparées aux valeurs réelles dérivées de la littérature [174], comme le montrent la figure 4.11 et le tableau 4-3. L'erreur de prédiction la plus importante pour  $\epsilon'_{r,LUT}$  a été de 2.63%, atteinte avec une fraction de volume d'eau de 60%. Pour  $\epsilon''_{r,LUT}$ , l'erreur de prédiction maximale de 2.96% a été atteinte avec une fraction de volume d'eau de 40%. Ces résultats démontrent la précision du modèle (4.3) à caractériser  $\epsilon_{r,LUT}$ .

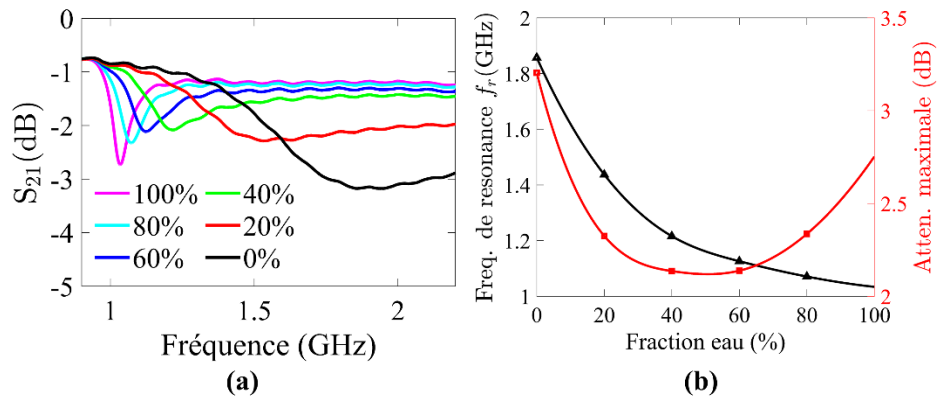


Figure 4.10 (a) Réponses de transmission mesurées  $S_{21}$  de la validation (b) fréquence de résonance et atténuation maximale correspondantes

Après les mesures de calibration et la validation du modèle de détection prédictif, la valeur moyenne de la sensibilité du capteur de la structure (B) a été calculée, donnant une sensibilité moyenne  $S_{avg}$  (%) de 1.743 %.

Tableau 4-3 Comparaison de la permittivité complexe prédite et réelle

Éthanol-eau Fraction (%)	Eau-éthanol Fraction (%)	$\epsilon'_{r,LUT}$ Litt.	$\epsilon'_{r,LUT}$ Prédit.	Erreur (%)	$\epsilon''_{r,LUT}$ Litt.	$\epsilon''_{r,LUT}$ Prédit.	Erreur (%)
100	0	06.46	06.59	02.04	10.47	10.74	02.61
80	20	14.46	14.36	00.67	11.59	11.36	01.90
60	40	25.50	25.93	01.71	10.25	09.94	02.96
40	60	41.82	42.92	02.63	09.39	09.38	00.10
20	80	59.10	59.30	00.34	07.44	07.33	01.38
0	100	75.57	75.78	00.28	04.72	04.60	02.33

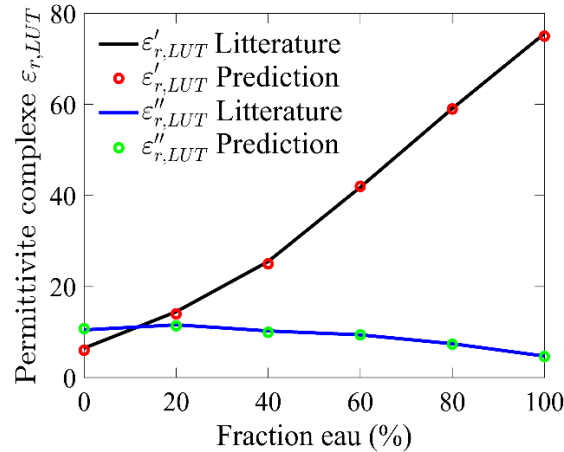


Figure 4.11 Prédiction de la permittivité complexe de la validation

La section actuelle a fourni une démonstration détaillée de la capacité de la structure (B) à détecter et à caractériser de manière extrêmement sensible les mélanges binaires d'eau-éthanol. Ces résultats renforcent l'efficacité de la technique d'optimisation adoptée par cette structure. Grâce à cette technique, la structure (B) a été en mesure de détecter avec précision les variations subtiles dans les propriétés diélectriques des mélanges d'eau-éthanol. La sensibilité élevée de la structure a permis de différencier et de quantifier les changements de composition dans une gamme allant de 0 % à 100 % de fraction de volume d'eau.

#### 4.4 Capteur microfluidique à résonateur SIW optimisé pour la détection du glucose

##### 4.4.1 Prototype du capteur

Les figures 4.12 (a) et 4.12 (b) présentent respectivement le prototype de la structure (C) du capteur microfluidique à résonateur SIW dans sa version standard et dans sa version optimisée, tandis que les figures 4.12 (c) et 4.12 (d) en montrent les détails. Dans la version optimisée, un conteneur d'échantillons est enveloppé d'une gaine métallique. La figure 4.13

(e) illustre la configuration de mesure comprenant une micropipette, un VNA et des échantillons du LUT d'eau-glucose avec une plage de concentration allant de 10 mg/dL à 200 mg/dL, correspondant à la concentration de glucose pour le diabète de type 2.

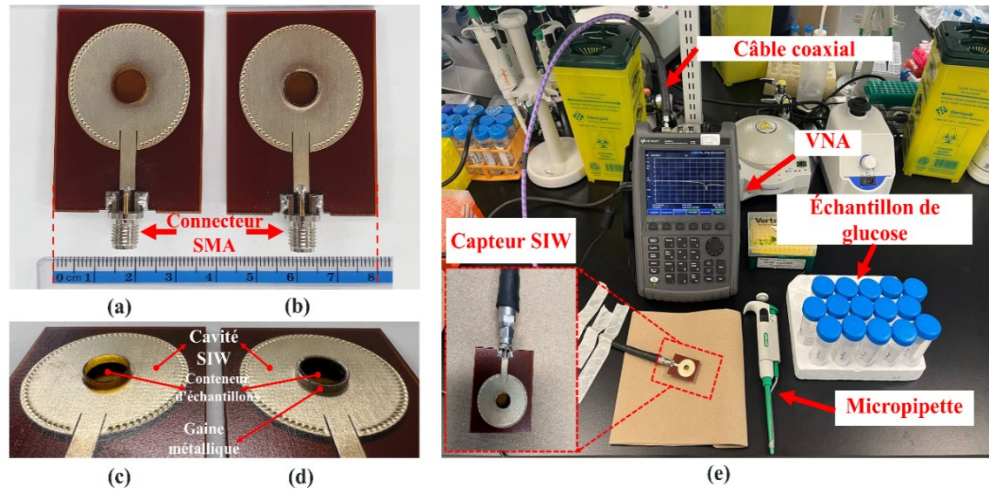


Figure 4.12 (a) Prototype du capteur SIW standard et (b) capteur optimisé (c) zoom sur le capteur standard et (d) sur le capteur optimisé, (e) configuration de mesure

#### 4.4.2 Résultats expérimentaux

##### 4.4.2.1 Mesure à vide

La mesure expérimentale initiale a été réalisée dans les conditions d'un conteneur d'échantillons vide. La figure 4.13 compare la réponse du coefficient de réflexion  $S_{11}$  entre le capteur standard et le capteur optimisé. Les courbes montrent que, dans ces conditions, chaque capteur affiche des fréquences de résonance avoisinant 5.740 GHz, avec une atténuation maximale de la résonance de -19.12 dB pour le modèle standard contre -21.6 dB pour le modèle optimisé.

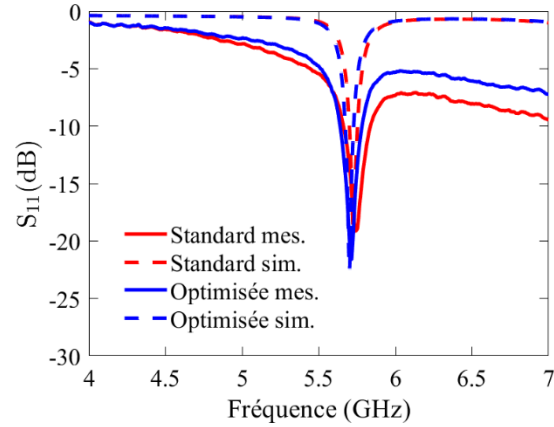


Figure 4.13 Comparaison des réponses de réflexion  $S_{11}$

#### 4.4.2.2 *Mesure en présence du LUT*

Les figures 4.14 et 4.15 présentent les changements enregistrés dans  $S_{11}$  pour le capteur standard et optimisé, respectivement. Il convient de noter qu'avec une augmentation de la concentration de glucose, les fréquences de résonance de  $S_{11}$  se déplacent vers des fréquences plus élevées, tout en présentant un changement visible d'atténuation. Ce résultat est prévisible, car les propriétés de permittivité de l'échantillon de glucose induisent de légers changements dans la permittivité globale du conteneur d'échantillons. En conséquence, le décalage de la fréquence de résonance ( $\Delta f_r$ ) est considéré comme le principal paramètre de détection.

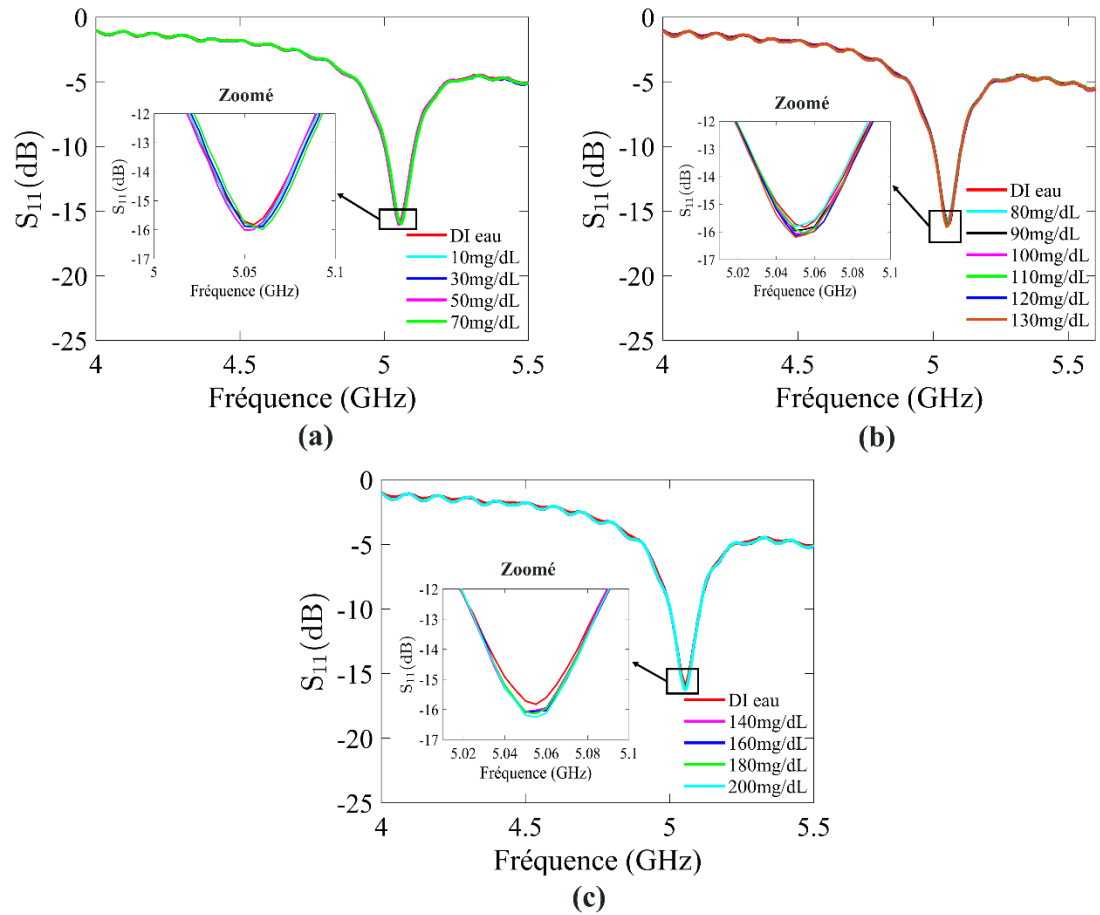


Figure 4.14 Réponses de réflexion mesurées  $S_{11}$  du capteur standard en fonction de la fréquence pour les concentrations de glucose testées  $G_{con}$  (a) hypoglycémie, (b) normoglycémie et (c) hyperglycémie

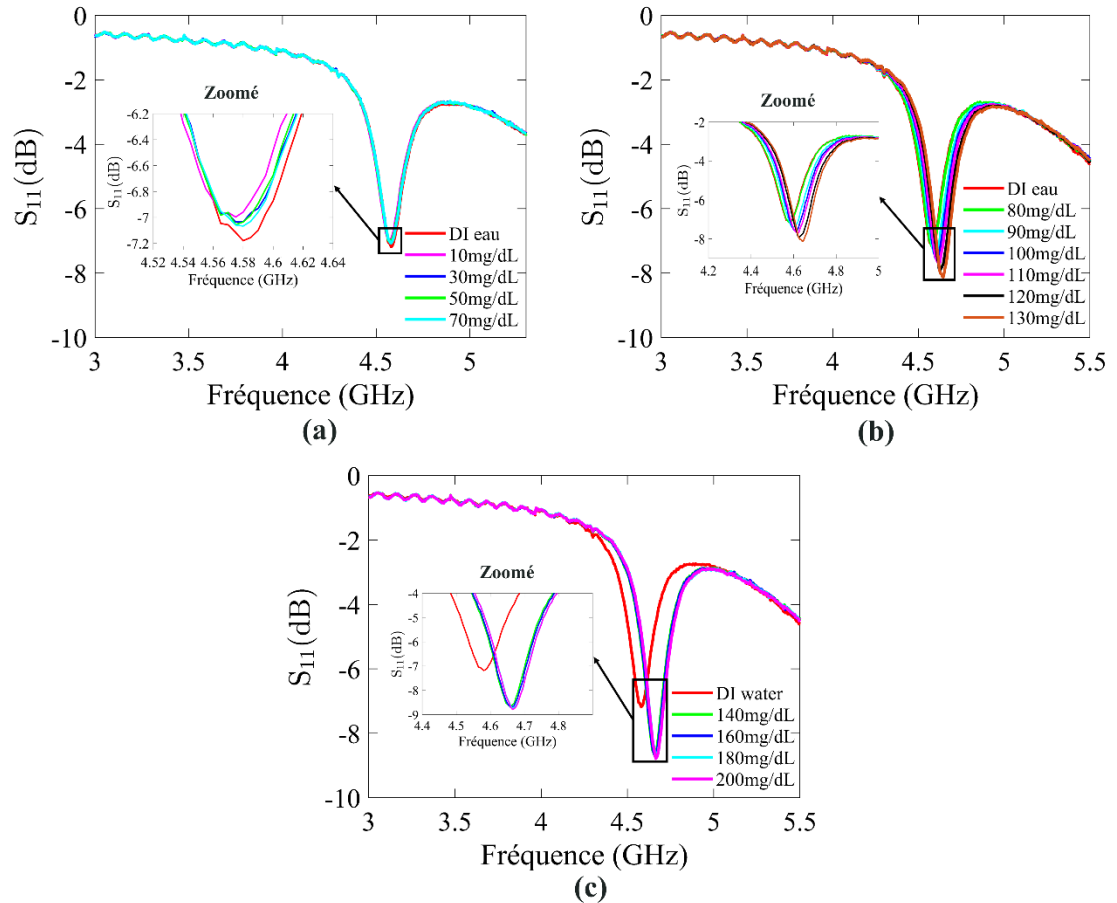


Figure 4.15 Réponses de réflexion mesurées  $S_{11}$  du capteur optimisé en fonction de la fréquence pour les concentrations de glucose testées  $G_{con}$  (a) hypoglycémie, (b) normoglycémie et (c) hyperglycémie

#### 4.4.3 Détermination de la concentration et modèle de détection

Une fois les résultats de la réponse  $S_{11}$  enregistrés, une analyse de régression a été effectuée pour évaluer la relation entre  $\Delta f_r$  et  $G_{con}$  testées. Les figures 4.16 (a) et 4.16 (b) illustrent les résultats de l'analyse appliquée pour le capteur standard et le capteur optimisé, respectivement. L'analyse a révélé qu'il existe une relation linéaire entre  $\Delta f_r$  et  $G_{con}$ , avec un coefficient de détermination élevé ( $R^2$ ) de 0.97 et 0.95 pour le capteur standard et le capteur optimisé, respectivement. Cette linéarité correspond aux fonctions linéaires des propriétés diélectriques des solutions eau-glucose [204].



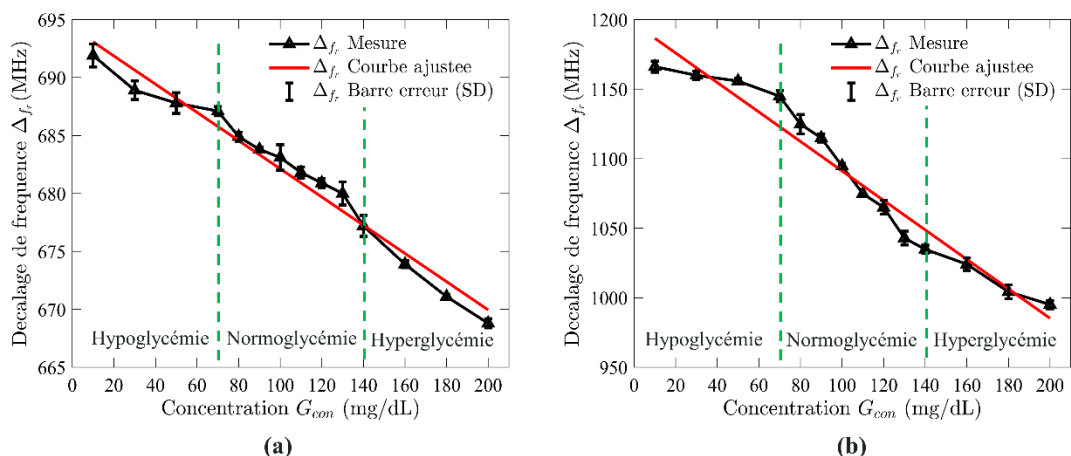


Figure 4.16 Décalage de la fréquence de résonance mesuré  $\Delta f_r$  pour (a) le capteur standard et (b) le capteur optimisé en fonction des concentrations de glucose testées  $G_{con}$

Pour démontrer la répétabilité et la sélectivité des mesures, la réponse  $S_{11}$  des capteurs a été enregistrée trois fois dans des conditions de mesure inchangées. La barre d'erreur de l'écart-type (SD) a été appliquée au  $\Delta f_r$  mesuré, qui a montré une valeur maximale d'environ  $\pm 1$  MHz pour une concentration de glucose de 130 mg/dL pour le capteur standard et  $\pm 7$  MHz pour une concentration de glucose de 80 mg/dL pour le capteur optimisé. Cette analyse indique que l'erreur de test est négligeable, ce qui témoigne d'un bon test de répétabilité.

De plus, la différence  $\Delta f_r$  entre deux valeurs de  $G_{con}$  présente une variation maximale de 3.3 MHz entre une concentration de glucose de 130 mg/dL et 140 mg/dL pour le capteur standard, et une variation maximale de 20.2 MHz entre les concentrations de 90 mg/dL et 100 mg/dL pour le capteur optimisé. Cette variation de  $\Delta f_r$  s'avère suffisante pour les faibles valeurs de  $G_{con}$ , illustrant ainsi l'excellent potentiel de sélectivité du capteur proposé dans les applications de surveillance du glucose.

Les données de l'ensemble de régression illustré à la figure 4.16 ont été utilisées afin de développer le modèle mathématique prédictif de détection du capteur proposé. Le modèle mathématique du capteur standard a été obtenu en utilisant  $\Delta f_r$ :

$$G_{con}(mg/dL) = 5.4669 \times 10^3 - 7.8740 \times \Delta f_r(MHz) \quad (4.4)$$

Le modèle de prédictif de détection obtenu pour le capteur optimisé est donné par la formule suivante :

$$G_{con}(mg/dL) = 1.1292 \times 10^3 - 0.9434 \times \Delta f_r(MHz) \quad (4.5)$$

Tableau 4-4 Comparaison de la concentration de glucose prédite et réelle pour le capteur standard

	$G_{con}$ Réelle (mg/dL)	$G_{con}$ Prédite (mg/dL)	Erreur (%)	$\Delta f_r$ (MHz)
Hypoglycémie	10	10.50	5.00	691.90
	30	32.51	8.09	688.90
	50	51.18	2.36	687.80
	70	68.69	1.86	687.10
Normoglycémie	80	74.01	7.48	684.90
	90	82.67	8.13	683.80
	100	98.18	1.81	683.10
	110	109.42	0.52	681.80
	120	122.51	2.09	680.90
	130	130.59	0.46	680.00
Hyperglycémie	140	141.64	1.17	677.20
	160	160.62	0.39	673.90
	180	181.67	0.93	671.10
	200	201.78	0.89	668.80

À partir des concentrations prédites par les modèles (4.4) et (4.5) et des concentrations réelles, figurant respectivement dans les tableaux 4-4 et 4-5, on peut conclure que les deux capteurs peuvent détecter des niveaux de glucose dans des solutions aqueuses. L'erreur

d'estimation la plus élevée a été observée pour la concentration de 90 mg/dL obtenue par le modèle (4.4), qui présentait une erreur de 8.19 %, tandis que la concentration de 30 mg/dL, obtenue par le modèle (4.5), affichait une erreur de 6.66 %. Le modèle (4.5) a démontré une plus grande précision dans la plupart des concentrations de glucose testées, confirmant l'efficacité de la gaine conductrice ajoutée, comme le montre le changement de l'atténuation et de la fréquence de résonance de  $S_{11}$  dans la figure 4.15.

Tableau 4-5 Comparaison de la concentration de glucose prédite et réelle pour le capteur optimisé

	$G_{con}$ Réelle (mg/dL)	$G_{con}$ Prédite (mg/dL)	Erreur (%)	$\Delta f_r$ (MHz)
Hypoglycémie	10	10.15	1.50	1166.10
	30	32.00	6.66	1159.90
	50	48.96	2.06	1155.80
	70	69.15	1.21	1144.90
Normoglycémie	80	79.11	1.10	1124.80
	90	85.45	5.05	1114.90
	100	98.50	1.49	1094.70
	110	113.28	2.98	1074.80
	120	122.52	2.10	1065.00
Hyperglycémie	130	132.37	1.82	1042.90
	140	142.01	1.44	1034.80
	160	163.11	1.94	1024.10
	180	181.79	0.99	1004.30
	200	198.47	0.76	0995.10

La sensibilité des capteurs standard et optimisé est calculée qui donne une valeur de 0.122 MHz/(mg/dL), et 1.218 MHz/(mg/dL), respectivement. Le capteur optimisé présente une sensibilité plus élevée que le capteur standard, ce qui confirme la méthode d'optimisation de la sensibilité abordée dans la structure (C).

Pour évaluer la fiabilité des capteurs standard et optimisé dans le contexte de la surveillance du glucose, une comparaison entre les concentrations de glucose prédites et les

concentrations réelles a été réalisée, en utilisant la grille d'erreur de Clarke. L'explication détaillée de cette méthode se trouve dans la sous-section 4.2.3, et notamment dans l'analyse de la structure (A). Les figures 4.17 (a) et 4.17 (b) illustrent respectivement les performances du capteur standard et du capteur optimisé. Cette évaluation montre que l'ensemble des mesures effectuées par les deux types de capteurs se situe dans la zone A de la grille, indiquant une concordance de  $\pm 20\%$  par rapport aux valeurs réelles. Cette précision, se trouvant dans les marges cliniquement acceptables, valide la fiabilité des capteurs étudiés pour leur utilisation dans le suivi glycémique.

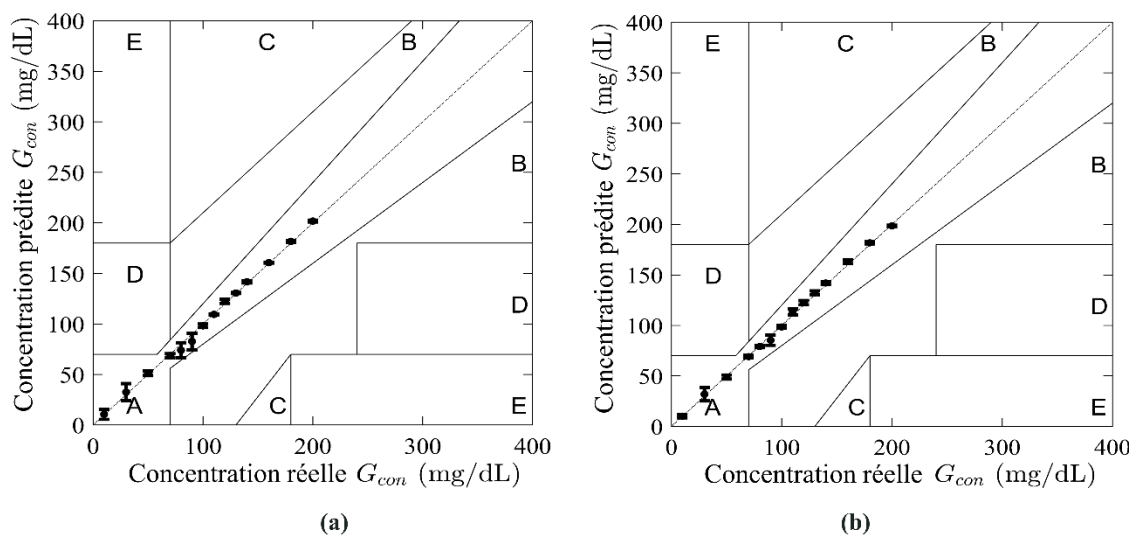


Figure 4.17 Grille d'erreur de Clarke obtenue à partir des concentrations de glucose testées pour (a) le capteur standard et (b) le capteur optimisé

Dans cette section, un capteur microfluidique à micro-ondes basé sur le SIW circulaire a été présenté pour améliorer la détection du glucose liquide. Les résultats obtenus confirment la capacité de la structure (C) à détecter les variations de la concentration de glucose et soulignent l'efficacité de la technique d'optimisation de la sensibilité adoptée. Cette technique consiste à ajouter une gaine conductrice recouvrant partiellement le conteneur d'échantillons du capteur standard afin de développer un capteur aux performances optimisées. L'intérêt

d'exploiter l'efficacité de ce capteur pour la détection d'autres liquides constitue une question importante, qui sera explorée dans la section suivante. Celle-ci se consacrera à la détection et à la caractérisation de la permittivité complexe de nouveaux échantillons d'eau et d'éthanol.

#### **4.5 Capteur microfluidique à résonateur SIW optimisé pour l'analyse de liquide binaire d'eau-éthanol**

##### *4.5.1 Prototype du capteur*

Pour évaluer la capacité de la structure (C) à détecter et caractériser la permittivité diélectrique complexe, une expérience a été menée en utilisant la même configuration de mesure. Cependant, les échantillons de glucose de la section précédente ont été remplacés par un mélange d'éthanol et d'eau, avec une fraction volumique d'éthanol variant de 0 % à 100 % par incréments de 10 %.

##### *4.5.2 Résultats expérimentaux*

###### *4.5.2.1 Mesure en présence du LUT*

Les mesures de coefficient de réflexion  $S_{11}$  des mélanges testés pour la structure optimisée (C) sont représentées sur la figure 4. 18 (a), tandis que les valeurs extraites de la fréquence de résonance  $f_r$  et de l'atténuation maximale  $|S_{11}|_{max}$  sont présentées sur la figure 4.18 (b). Les résultats ont montré que la variation de  $f_r$  et  $|S_{11}|_{max}$  était proportionnelle à la concentration d'éthanol dans le mélange. En effet, l'augmentation de la concentration d'éthanol entraînait une augmentation de  $f_r$  et une diminution de  $|S_{11}|_{max}$ . Il convient de noter que la non-linéarité de  $f_r$  et  $|S_{11}|_{max}$  suivait la non-linéarité des propriétés diélectriques des mélanges [174].

Par ailleurs, la variation de  $f_r$  entre deux mesures de fraction volumique atteint son maximum de 168 MHz entre les fractions volumiques de 70% et 80%. Cette observation met en lumière la capacité de la structure à démontrer une sélectivité efficace pour la détection et la caractérisation dans le contexte de l'application étudiée.

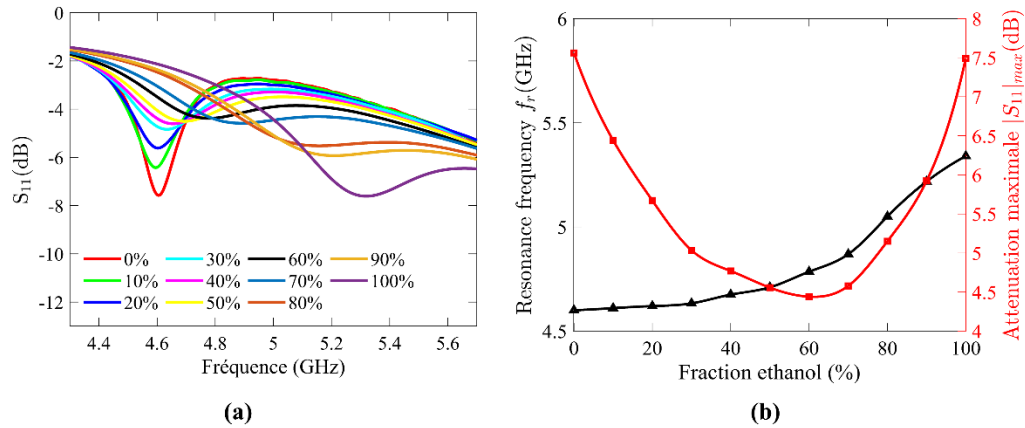


Figure 4.18 (a) Réponses de transmission mesurées  $S_{11}$  (b) fréquence de résonance et atténuation maximale correspondantes

#### 4.5.3 Caractérisation de la permittivité et modèle de détection

En utilisant l'ensemble des mesures de  $f_r$ ,  $|S_{11}|_{max}$  et  $\epsilon_{r,LUT}$  extraites de la littérature, le modèle mathématique prédictif qui relie ses variables est donné par :

$$\begin{bmatrix} \Delta\epsilon'_{r,LUT} \\ \Delta\epsilon''_{r,LUT} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -58.9318 & 12.2208 \\ -38.9716 & 02.3024 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta f_r \\ \Delta |S_{11}|_{max} \end{bmatrix} \quad (4.6)$$

Le tableau 4-6 et la figure 4.19 présentent une comparaison entre les valeurs prédites obtenues par l'équation (4.6) et les valeurs de la littérature de  $\epsilon_{r,LUT}$ . L'erreur d'estimation la plus importante pour  $\epsilon'_{r,LUT}$  a été de 10.42 %, observée avec une fraction volumique d'éthanol de 100 %. Pour  $\epsilon''_{r,LUT}$ , l'erreur d'estimation maximale de 10.90 % a été atteinte avec une fraction volumique d'éthanol de 90 %. Les résultats démontrent que le capteur proposé

présente une bonne concordance avec la référence, ce qui confirme la capacité du capteur et du modèle mathématique à caractériser avec précision la permittivité complexe des mélanges d'éthanol-eau.

Tableau 4-6 Comparaison de la permittivité complexe prédite et réelle

Éthanol-eau Fraction (%)	Eau-éthanol Fraction (%)	$\varepsilon'_{r,LUT}$ Litt.	$\varepsilon'_{r,LUT}$ Prédit.	Erreur (%)	$\varepsilon''_{r,LUT}$ Litt.	$\varepsilon''_{r,LUT}$ Prédit.	Erreur (%)
0	100	57.11	57.78	01.18	26.89	26.10	02.91
10	90	45.13	45.52	00.86	29.15	29.13	00.03
20	80	32.55	32.51	00.12	28.87	28.97	00.36
30	70	24.80	24.73	00.25	27.48	27.77	01.05
40	60	18.57	18.41	00.84	23.29	23.40	00.51
50	50	14.58	14.58	00.00	18.90	18.90	00.00
60	40	11.34	11.74	03.54	14.79	15.71	06.22
70	30	10.15	10.47	03.23	12.96	12.75	01.58
80	20	07.72	07.14	07.42	08.44	08.27	02.00
90	10	06.32	06.33	00.25	05.89	05.24	10.90
100	0	04.81	04.30	10.42	02.97	02.83	04.65

Après avoir testé différents échantillons d'eau-éthanol et développé le modèle de détection, la valeur moyenne de la sensibilité du capteur de la structure optimisée (C) a été calculée, donnant une sensibilité moyenne  $S_{avg}$ (%) de 1.232 %.

Cette section met en évidence la remarquable capacité de la structure (C) à détecter et caractériser avec une grande sensibilité les mélanges binaires d'eau-éthanol dans une nouvelle application de détection de liquides. Les résultats obtenus démontrent la performance exceptionnelle de la structure (C) dans cette application spécifique, offrant ainsi de nouvelles possibilités pour la détection précise et sensible des mélanges liquides.

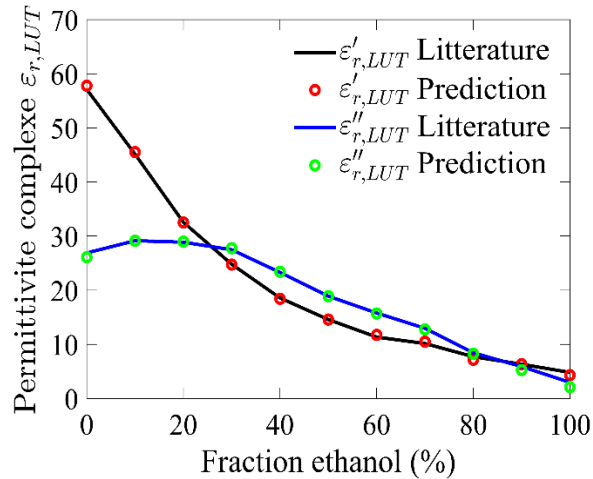


Figure 4.19 Prédiction de la permittivité complexe

#### 4.6 Comparaison des performances des capteurs

Lors de l'étude expérimentale des capteurs microfluidiques utilisant les trois structures développées, des divergences mineures ont été relevées entre les résultats simulés et les mesures réalisées en vide. Ces écarts peuvent être imputés à divers facteurs et sources d'erreur, parmi lesquels :

- Les modèles employés dans la simulation peuvent présenter des divergences par rapport au comportement réel du capteur, souvent dues à des simplifications excessives ou à des approximations inexactes incorporées dans les équations utilisées;
- Les propriétés des matériaux utilisés dans la simulation, telles que la permittivité diélectrique et la conductivité, pourraient être mal caractérisées ou différer réellement des hypothèses formulées dans la simulation, entraînant ainsi des variations;
- Les variations inévitables pendant la fabrication des capteurs, même avec des procédures de production précises, conduisent à des disparités entre le modèle 3D envisagé et le modèle effectivement fabriqué, influant ainsi sur les mesures;



- Les perturbations et les pertes EMs induites par les connecteurs SMA, ainsi que l'utilisation de la soudure à froid, risquent de perturber les propriétés électriques et mécaniques du capteur et, par conséquent, altérer les mesures;
- Les variations des conditions réelles par rapport aux simulations, telles que la température, l'humidité et d'autres paramètres atmosphériques, peuvent engendrer des écarts de mesure;
- Les instruments de mesure, tels que le VNA et le kit de calibration, ainsi que les câbles coaxiaux, affichent parfois des erreurs de calibration, ce qui génère des erreurs de mesure mineures;

Lors de l'analyse des résultats expérimentaux et de leur comparaison aux simulations, il est crucial de tenir compte de ces facteurs. Il peut être nécessaire d'utiliser des matériaux présentant des propriétés à faible perte, d'opter pour des connecteurs SMA à faibles pertes et une technique de soudure plus robuste, tout en compensant les erreurs pouvant provenir des équipements de mesure. Cela peut nécessiter la réalisation d'ajustements ou de calibrations supplémentaires pour corriger les variations liées à ces facteurs, garantissant ainsi l'obtention de mesures plus précises et cohérentes.

Lors de la mesure en présence de liquide, de légères variations ont été remarquées entre les valeurs prédites et les valeurs réelles de la permittivité complexe et de la concentration. Ces différences sont probablement dues aux divers facteurs mentionnés ci-dessus, ainsi qu'à d'autres facteurs tels que :

- Les modèles mathématiques prédictifs de détection reposent parfois sur des simplifications et des approximations qui ne parviennent pas à rendre pleinement compte de la complexité du système réel;

- Les interactions complexes entre les différents composants du capteur et le liquide ne sont pas toujours entièrement prises en compte par les modèles mathématiques, ce qui entraîne des divergences par rapport à la réalité.

Pour améliorer la précision des capteurs, il est envisagé de développer des modèles de détection plus avancés d'ordre supérieur, tels que les modèles quadratiques, ou des modèles prenant en compte plusieurs variables de réponse telles que la fréquence de résonance, le facteur de qualité et l'atténuation maximale. En intégrant ces variables dans les modèles, il est possible d'obtenir des estimations plus précises de la permittivité complexe et de la concentration. De plus, pour accroître la précision des modèles de détection, il est recommandé de tester les capteurs sur une large variété d'échantillons couvrant une gamme étendue de valeurs de permittivité et de concentration. Cette approche permet une meilleure compréhension des performances des capteurs dans diverses conditions et une calibration plus précise des modèles en conséquence.

Afin d'obtenir une vue d'ensemble des performances des capteurs microfluidiques basés sur les trois structures développées, une comparaison a été effectuée pour chaque application. Comme le présentent les sous-sections suivantes.

#### *4.6.1 Caractérisation de la permittivité complexe*

Le tableau 4-7 compare les capteurs proposés pour la caractérisation de la permittivité complexe des mélanges binaires eau-éthanol aux capteurs de pointe existants dans la littérature en utilisant des paramètres de détection critiques tels que le type de structure résonante, le principe de fonctionnement, la fréquence à un conteneur d'échantillons vide, le

décalage de fréquence, la taille relative du capteur, la sensibilité et la technique de fabrication, tout en prenant en compte la sensibilité moyenne pour une comparaison équitable.

Tableau 4-7 Comparaison des capteurs proposés avec les capteurs de la littérature pour la caractérisation de la permittivité complexe des liquides

Réf.	Ann- ée	Type Rés.	Princ. Fonct.	$f_{empty}$ (GHz)	$\Delta f_r$ (MHz)	Taille ( $\lambda_g^3$ )	Sens. $S_{avg}$ (%)	3D
[202]	2023	DGS	$S_{21}(f_r)$	2.180	N/A	N/A	0.076	Non
[208]	2013	RW	$S_{21}(f_r)$	1.91	N/A	$0.7 \times 0.7 \times 0.347$	0.122	Non
[209]	2023	CSR	$S_{21}(f_r)$	1.02	N/A	N/A	0.28	Non
[210]	2014	SRR	$S_{21}(f_r)$	2	N/A	N/A	0.318	Non
[44](S.A)	2022	SIW	$S_{11}(f_r)$	3.98	235	$0.742 \times 0.530 \times 0.019$	0.345	Oui
[207]	2014	SRR	$S_{21}(f_r)$	1.35	N/A	N/A	0.382	Non
[211]	2019	MNG	$S_{21}(f_r)$	3.43	N/A	$0.055 \times 0.055 \times 0.0065$	0.570	Non
[173]	2019	SIR	$S_{21}(f_r)$	1.91	N/A	N/A	0.578	Non
[212]	2022	EBG	$S_{11}(f_r)$	2.38	N/A	$0.198 \times 0.198 \times 0.012$	0.588	Non
[213]	2022	CRLH TL	$S_{21}(f_r)$	4.408	1090	$0.316 \times 0.506 \times 0.026$	0.612	Non
[214]	2020	MCSR	$S_{11}(f_r)$	1.618	N/A	$0.444 \times 0.285 \times 0.004$	0.626	Non
[215]	2022	SIW	$S_{21}(f_r)$	2.45	120	N/A	0.630	Non
[56]	2022	Series LC	$S_{21}(f_r)$	1.662	539	$0.116 \times 0.116 \times 0.004$	0.695	Non
S.C	2023	SIW	$S_{11}(f_r)$	5.715	650	$0.6287 \times 0.829 \times 0.086$	0.801	Oui
[153]	2021	CSR	$S_{21}(f_r)$	2.2	632	$0.146 \times 0.256 \times 0.0056$	0.805	Non
[216]	2022	OCSR	$S_{11}(f_r)$	2.35	820	N/A	0.882	Non
[197]	2018	SIW	$S_{21}(f_r)$	2.189		$0.4 \times 0.36 \times 0.041$	0.912	Non
[217]	2020	CSR	$S_{21}(f_r)$	2.226	N/A	$0.148 \times 0.259 \times 0.0056$	0.980	Non
S.C	2023	SIW	$S_{11}(f_r)$	5.745	1115	$0.632 \times 0.834 \times 0.0287$	1.232	Oui
[218]	2021	MCSR	$S_{21}(f_r)$	2.45	N/A	$0.319 \times 0.241 \times 0.0037$	1.444	Non
S. B	2023	CSR	$S_{21}(f_r)$	2.205	1171	$0.154 \times 0.243 \times 0.011$	1.743	Oui

Les résultats obtenus démontrent que les trois structures développées affichent des performances comparables à celles des capteurs existants. Les décalages de fréquence de résonance mesurés pour les structures (A), (C) et (B) sont respectivement de 235 MHz, 1115 MHz et 1171 MHz. Ces décalages de fréquence témoignent d'une sensibilité accrue dans la détection des variations de permittivité complexe. En termes de sensibilité, les structures (A), (C) et (B) présentent des valeurs respectives de 0.345 %, 1.232 % et 1.743 %. Une amélioration de sensibilité de 256.81 %, et de 404.35 % est représentée respectivement pour la structure (C) et pour la structure (B) en comparaison à la structure (A). Ces chiffres

indiquent que la sensibilité a été améliorée à travers les structures, et que les changements de permittivité complexe dans les échantillons testés sont capables d'être détectés avec précision par les capteurs.

#### *4.6.2 Détermination de la concentration de glucose*

Le tableau 4-8 présente la comparaison des différents capteurs proposés pour l'application de détection et de détermination de la concentration de glucose par rapport aux capteurs de la littérature. Les paramètres de détection critiques pris en compte sont le type de résonateur utilisé, le principe de fonctionnement, la fréquence de fonctionnement dans le cas vide, la plage de concentration de glucose testée, ainsi que la sensibilité et l'utilisation de la fabrication 3D.

Les résultats de l'étude démontrent que les capteurs proposés surpassent les autres capteurs existants en termes de détection de légères variations de la concentration de glucose, notamment dans la plage associée au diabète de type 2. Il convient de noter que certains capteurs ont utilisé des échantillons de glucose qui ne reflètent pas exactement les conditions réelles de la glycémie, ce qui limite leur applicabilité dans les applications de surveillance du glucose. Les capteurs proposés dans cette étude ont atteint une précision maximale d'environ 10 mg/dL dans une plage de concentration de glucose allant de 10 mg/dL à 200 mg/dL. De plus, ils ont révélé une sensibilité de détection élevée, variant de  $4.17 \times 10^{-2}$  dB/(mg/dL) à  $12.8 \times 10^{-1}$  MHz/(mg/dL) respectivement pour les structures (A) et (C). Ces valeurs de sensibilité montrent la capacité des capteurs à détecter de petites variations de la concentration de glucose. Ces résultats attestent de l'amélioration de la sensibilité à travers les structures, ainsi que de l'efficacité des capteurs proposés pour une surveillance précise des niveaux de glucose. Leur sensibilité et leur précision élevées dans la plage de

concentration concernée en font des outils potentiels pour la détection et la surveillance du glucose dans les applications médicales et de soins de santé.

Tableau 4-8 Comparaison des capteurs proposés avec les capteurs de la littérature pour la détermination de la concentration de glucose dans les liquides

Réf.	Année	Type Rés.	Princ. Fonct.	$f_{empty}$ (GHz)	$G_{con}$ (mg/dL)	S (MHz/(mg/dL) Ou (dB/(mg/dL))	3D
[219]	2018	CSRR	$S_{11}$	1.4-1.9	78-5000	1.800E-03	Non
[36]	2019	MLIN	$S_{21}(f_r)$	2.074	2000-10000	1.000E-02	Non
[220]	2017	SRR	$S_{11}(f_r)$	4.8	100-1000	1.400E-02	Non
[221]	2019	MLIN	$S_{11}$	7.8	20-120 /100-600	1.200E-02	Non
[146]	2020	CSRR	$S_{21}(f_r)$	2.45	40-140	(4.5-9.5)E-01	Non
[222]	2021	BLC	$S_{31}(f_r)$	2.395	67-400	7.20E-01	Non
[160]	2022	STUB	$S_{21}(f_r)$	4.4	0-400	13.00E-01	Non
[223]	2022	ANT	$S_{21}(f_r)$	3.46	50-250	2.450E-01	Non
[132]	2023	NSRR	$S_{21}(f_r)$	0.743	0-25	1.720E-01	Non
[185]	2022	FRR	$S_{12}/S_{21}(f_r)$	22-32	50-350	7.000E-02	Non
[224]	2023	DGS	$S_{11}(f_r)$	2.4-2.5	250-16000	7.8285E-03	Non
[203] (S.A)	2023	SIW	$S_{11}$	3.980	10-200	4.17E-02	Oui
S.C	2023	SIW	$S_{11}(f_r)$	5.715 / 5.745	10-200	1.220E-01 / 12.180E-01	Oui

Outre les performances de détection obtenues, les capteurs proposés ont été produits à l'aide d'une technique d'impression 3D de pointe en utilisant l'imprimante DragonFly LDM™, offrant plusieurs avantages par rapport aux technologies de fabrication conventionnelles telles que les PCBs et les LTCCs. Cette approche de fabrication innovante permet un prototypage des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes en utilisant uniquement deux matériaux sous forme d'encre diélectrique et conductrice. Ainsi, il n'est pas nécessaire d'utiliser d'autres matériaux pour produire des conteneurs d'échantillons. De plus, la technique d'impression 3D facilite l'application des techniques d'optimisation des

performances, telles que celles utilisées dans les différentes structures, simplifiant ainsi la construction des conteneurs d'échantillons sans nécessiter des processus de post-traitement relativement complexes, contrairement aux méthodes PCBs et LTCCs qui peuvent parfois entraîner des pertes d'implémentation et augmenter le coût global de développement. Enfin, les conceptions proposées éliminent la complexité de la fabrication et d'implantation en combinant l'impression 3D avec l'utilisation simultanée d'encres diélectrique et conductrice, évitant ainsi la nécessité d'une métallisation manuelle après l'impression 3D du substrat, une étape courante dans la plupart des technologies d'impression 3D de structures micro-ondes.

## **Chapitre 5 - Conclusion et perspectives des futurs travaux**

### **5.1 Conclusions**

Ce manuscrit présente les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse, qui se concentre sur le développement de capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes performants. Ces capteurs sont fabriqués en utilisant la technologie SIW et CSRR, grâce à une technique d'impression innovante en 3D. L'objectif central de cette étude est d'élaborer de nouvelles structures de capteurs visant à améliorer leurs performances, notamment en termes de sensibilité, pour une détection, une analyse et une caractérisation efficace de liquides de nature chimique, biologique ou biomédicale. Par exemple, l'étude se focalise sur des applications telles que la caractérisation de la permittivité complexe de mélanges d'eau-éthanol ou la détermination de la concentration de glucose dans des solutions aqueuses.

Les capteurs traditionnels fabriqués à l'aide des technologies PCBs et LTCCs ont un processus de fabrication relativement complexe qui limite leur flexibilité pour le prototypage et la production automatisée en une seule étape. En outre, ces capteurs sont confrontés à des limitations de performance dues à des effets parasites et à l'interaction du champ E avec le liquide dans la zone sensible.

Dans cette thèse, nous avons proposé une approche novatrice en étudiant et en réalisant de nouvelles structures de capteurs à résonateurs SIWs et CSRRs. Ces structures, entièrement fabriquées en 3D, sont performantes et ont le potentiel d'être intégrées dans des circuits

micro-ondes, qu'ils soient planaires ou non-planaires. Cette approche semble avoir le potentiel de simplifier la fabrication des capteurs tout en rendant plus aisée l'intégration de techniques visant à améliorer leur performance et leur sensibilité. Ainsi, de nouvelles perspectives s'ouvrent dans le domaine des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes.

Après avoir introduit le sujet et exposé le problème traité, la méthodologie et la conception des capteurs dans les premiers chapitres, nous avons présenté et discuté en détail, dans le quatrième chapitre, les résultats expérimentaux des différents capteurs basés sur les trois structures développées. L'étude visait principalement à examiner deux applications spécifiques : la caractérisation de la permittivité complexe des mélanges d'eau-éthanol et la détermination de la concentration de glucose dans des solutions aqueuses pour les personnes diabétiques. Les résultats expérimentaux ont démontré que les structures (A), (B) et (C) étaient capables de détecter, d'analyser et de caractériser les différents liquides pour les deux applications avec une bonne sensibilité. La sensibilité variait de 0.345 % à 1.743 % pour les structures (A) et (B) respectivement lorsqu'elles ont été testées avec des échantillons d'eau-éthanol. De plus, elle variait de  $4.71 \times 10^{-2}$  dB/(mg/dL) à  $12.8 \times 10^{-1}$  MHz/(mg/dL) respectivement pour les structures (A) et (C) lors des tests avec des échantillons d'eau-glucose. Il convient de souligner que l'optimisation de la sensibilité a été observée dans les différentes structures. En outre, les performances des capteurs ont été évaluées selon d'autres critères tels que la sélectivité de détection, la répétabilité des mesures et la faible erreur de mesure et de prédiction, aboutissant à de bons résultats. Cela signifie que les capteurs étaient en mesure de détecter spécifiquement les composants d'intérêt dans les mélanges, tout en produisant des résultats cohérents et reproductibles à chaque mesure effectuée. En résumé,



les résultats expérimentaux de ce chapitre confirment l'efficacité des structures développées pour les applications de caractérisation de permittivité complexe des mélanges d'eau-éthanol et de détermination de la concentration de glucose dans des solutions aqueuses. De plus, ces capteurs présentent une sensibilité optimisée, une sélectivité de détection adéquate et une répétabilité des mesures, ce qui les rend prometteurs pour des applications futures dans le domaine de la détection et de la caractérisation des liquides.

## 5.2 Perspectives

En ce qui concerne les perspectives de recherche futures, il existe plusieurs possibilités d'extension des travaux présentés dans cette thèse en examinant les axes suivants :

### 5.2.1 Structures résonantes

- La possibilité d'améliorer les structures développées en réduisant leur taille par l'incorporation des fentes perturbantes dans le plan supérieur ou inférieur des structures SIWs et CSRRs, ainsi qu'en diminuant le volume du LUT, tout en maintenant de bonnes performances. Cette modification permettrait d'obtenir des structures plus compactes tout en préservant leurs fonctionnalités;
- L'exploration de nouvelles structures en complément de celles développées dans cette thèse révèle des avantages potentiels. Parmi les propositions les plus prometteuses, l'utilisation du mode différentiel pour les structures CSRRs et du mode SW (de l'anglais « Slow-Wave ») pour les structures SIWs est envisagée [27, 225]. Ces propositions offrent le potentiel d'améliorer les performances des structures présentées dans ce travail en réduisant les effets parasites et environnementaux perturbateurs, tout en améliorant l'interaction du champ E avec le LUT;

- L'utilisation de plusieurs modes de propagation pourrait faciliter la détection simultanée de plusieurs liquides, en particulier pour les structures SIWs. En investiguant cette approche, il serait possible de concevoir des capteurs capables de mesurer et d'identifier différents liquides présents simultanément.

### 5.2.2 *Mesures et performances*

- Les capteurs proposés ont été soumis à des tests réussis, utilisant deux types de mélanges de liquides pour évaluer leur performance. Une perspective intéressante consisterait à étudier diverses applications dans les domaines biologique, chimique et biomédical, en élargissant les tests à différents échantillons liquides tels que des mélanges binaires d'eau-méthanol ou d'eau-lactate, ainsi que des mélanges liquides multiples. Cette variété d'échantillons permettrait de mettre en évidence la polyvalence et l'applicabilité des capteurs dans divers domaines, tout en permettant d'étudier leurs performances dans des conditions différentes;
- Les capteurs proposés ont été testés au laboratoire, ce qui constitue une première étape essentielle. Toutefois, il est évident qu'il serait pertinent de les tester sur le terrain afin de mieux comprendre leur comportement dans des conditions réelles. De plus, il serait important d'étudier la réaction de ces capteurs face à d'autres sources externes, afin d'évaluer leur robustesse et leur fiabilité dans des environnements variés;
- Afin d'améliorer la précision des capteurs, plusieurs approches peuvent être envisagées. Il serait possible de développer des modèles mathématiques de détection d'ordre supérieur, qui prendraient en compte des paramètres plus complexes pour analyser la réponse mesurée du capteur. Par exemple, la variation de la fréquence de

résonance, le facteur de qualité et l'atténuation maximale pourraient être intégrés dans ces modèles afin d'obtenir des mesures plus précises et fiables.

### 5.2.3 *Développement de l'électronique associée*

- Un nouveau système de mesure, conçu avec une électronique spécifiquement adaptée, représente une alternative envisageable pour remplacer le VNA [226, 227]. Cette solution offre l'avantage de simplifier la tâche de mesure de la réponse du capteur dans les situations quotidiennes ainsi que sur le terrain;
- Un système convivial doté d'une transmission sans fil des données, permettant la surveillance en temps réel et intégré à des écrans d'affichage ainsi qu'à des applications mobiles, accroît la commodité et l'accessibilité pour les scientifiques. Cette solution offre également un potentiel considérable pour le développement de capteurs en vue de leur commercialisation.

En conclusion, en prolongeant les travaux présentés dans cette thèse selon les axes mentionnés ci-dessus, il serait possible de réaliser des avancées significatives dans le domaine des capteurs microfluidiques à résonateur micro-ondes.

## Références

- [1] S. Radhakrishnan, M. Mathew, and C. S. Rout, "Microfluidic sensors based on two-dimensional materials for chemical and biological assessments," *Materials Advances*, 10.1039/D1MA00929J vol. 3, no. 4, pp. 1874-1904, 2022, doi: 10.1039/D1MA00929J.
- [2] G. Luka *et al.*, "Microfluidics Integrated Biosensors: A Leading Technology towards Lab-on-a-Chip and Sensing Applications," *Sensors*, vol. 15, no. 12, pp. 30011-30031, 2015. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/15/12/29783>.
- [3] Z. Chen, Y. Zhang, Y. Yang, X. Shi, L. Zhang, and G. Jia, "Hierarchical nitrogen-doped holey graphene as sensitive electrochemical sensor for methyl parathion detection," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 336, p. 129721, 2021/06/01/ 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2021.129721>.
- [4] H. Zhao *et al.*, "Continuous optical sorting of nanoscale biomolecules in integrated microfluidic-nanophotonic chips," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 331, p. 129428, 2021/03/15/ 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2020.129428>.
- [5] N. Anas, Y. W. Fen, W. Mohd Daniyal, N. Ramdzan, and S. Saleviter, "Development of Graphene Quantum Dots-Based Optical Sensor for Toxic Metal Ion Detection," *Sensors*, vol. 19, p. 3850, 09/06 2019, doi: 10.3390/s19183850.
- [6] R. A. Alahnomi *et al.*, "Review of Recent Microwave Planar Resonator-Based Sensors: Techniques of Complex Permittivity Extraction, Applications, Open Challenges and Future Research Directions," *Sensors*, vol. 21, no. 7, p. 2267, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/21/7/2267>.
- [7] E. Nyfors, "Industrial Microwave Sensors—A Review," *Subsurface Sensing Technologies and Applications*, vol. 1, no. 1, pp. 23-43, 2000/01/01 2000, doi: 10.1023/A:1010118609079.
- [8] M. Ferran, V. Paris, M.-E. Jonathan, and S. Lijuan, "Introduction to Planar Microwave Sensors," in *Planar Microwave Sensors*: IEEE, 2023, pp. 1-64.
- [9] J. Sun, W. Wang, and Q. Yue, "Review on Microwave-Matter Interaction Fundamentals and Efficient Microwave-Associated Heating Strategies," (in eng), *Materials (Basel)*, vol. 9, no. 4, Mar 25 2016, doi: 10.3390/ma9040231.
- [10] R. Zoughi, *Microwave Non-Destructive Testing and Evaluation Principles*. Springer Netherlands, 2000.
- [11] B. Wiltshire, K. Mirshahidi, K. Golovin, and M. H. Zarifi, "Robust and sensitive frost and ice detection via planar microwave resonator sensor," *Sensors and Actuators B:*

- Chemical*, vol. 301, p. 126881, 2019/12/12/ 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2019.126881>.
- [12] J. C. Lin, "Microwave sensing of physiological movement and volume change: A review," *Bioelectromagnetics*, vol. 13, no. 6, pp. 557-565, 1992, doi: <https://doi.org/10.1002/bem.2250130610>.
- [13] "IEEE Standard Letter Designations for Radar-Frequency Bands," *IEEE Std 521-1976*, pp. 1-8, 1976, doi: 10.1109/IEEESTD.1976.7428784.
- [14] J. Polivka, "An Overview of Microwave Sensor Technology," *High Frequency Electronics*, 01/01 2007.
- [15] Y. Chen, J. Huang, Y. Xiang, L. Fu, W. Gu, and Y. Wu, "A Modified SIW Re-Entrant Microfluidic Microwave Sensor for Characterizing Complex Permittivity of Liquids," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 13, pp. 14838-14846, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3074169.
- [16] F. Völgyi, "Microstrip Transmission- and Reflection-Type Sensors Used in Microwave Aquametry," in *Electromagnetic Aquametry: Electromagnetic Wave Interaction with Water and Moist Substances*, K. Kupfer Ed. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2005, pp. 243-256.
- [17] D. K. Ghodgaonkar, *Microwave nondestructive testing for sensor applications using free-space microwave measurement system in the frequency range 8 - 40 GHz*. 2003, pp. 335-339.
- [18] C. Aydinalp, S. Joof, I. Dilman, I. Akduman, and T. Yilmaz, "Characterization of Open-Ended Coaxial Probe Sensing Depth with Respect to Aperture Size for Dielectric Property Measurement of Heterogeneous Tissues," *Sensors*, vol. 22, no. 3, p. 760, 2022. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/22/3/760>.
- [19] R. M. Langdon, "Resonator sensors-a review," *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, vol. 18, no. 2, pp. 103-115, 1985/02 1985, doi: 10.1088/0022-3735/18/2/002.
- [20] G. M. Rocco *et al.*, "3-D Printed Microfluidic Sensor in SIW Technology for Liquids' Characterization," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 68, no. 3, pp. 1175-1184, 2020, doi: 10.1109/TMTT.2019.2953580.
- [21] A. Ebrahimi, J. Scott, and K. Ghorbani, "Microwave reflective biosensor for glucose level detection in aqueous solutions," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 301, p. 111662, 2020/01/01/ 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2019.111662>.
- [22] M. E. Gharbi, R. Fernández-García, and I. Gil, "Textile Antenna-Sensor for In Vitro Diagnostics of Diabetes," *Electronics*, vol. 10, no. 13, p. 1570, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2079-9292/10/13/1570>.
- [23] A. F. Moleiro, G. Conceição, A. F. Leite-Moreira, and A. Rocha-Sousa, "A Critical Analysis of the Available In Vitro and Ex Vivo Methods to Study Retinal Angiogenesis," (in eng), *J Ophthalmol*, vol. 2017, p. 3034953, 2017, doi: 10.1155/2017/3034953.

- [24] A. Ebrahimi, J. Scott, and K. Ghorbani, "Ultrahigh-Sensitivity Microwave Sensor for Microfluidic Complex Permittivity Measurement," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 67, no. 10, pp. 4269-4277, 2019, doi: 10.1109/TMTT.2019.2932737.
- [25] A. Ebrahimi, W. Withayachumnankul, S. Al-Sarawi, and D. Abbott, "High-Sensitivity Metamaterial-Inspired Sensor for Microfluidic Dielectric Characterization," *IEEE Sensors Journal*, vol. 14, no. 5, pp. 1345-1351, 2014, doi: 10.1109/JSEN.2013.2295312.
- [26] P. Vélez, L. Su, K. Grenier, J. Mata-Contreras, D. Dubuc, and F. Martín, "Microwave Microfluidic Sensor Based on a Microstrip Splitter/Combiner Configuration and Split Ring Resonators (SRRs) for Dielectric Characterization of Liquids," *IEEE Sensors Journal*, vol. 17, no. 20, pp. 6589-6598, 2017, doi: 10.1109/JSEN.2017.2747764.
- [27] W.-J. Wu, W.-S. Zhao, D.-W. Wang, B. Yuan, and G. Wang, "An active microfluidic sensor based on slow-wave substrate integrated waveguide for measuring complex permittivity of liquids," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 344, p. 113699, 2022/09/01/ 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2022.113699>.
- [28] M. Bakir, "Electromagnetic-Based Microfluidic Sensor Applications," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 164, no. 9, pp. B488-B494, 2017, doi: 10.1149/2.0171712jes.
- [29] K. Guerchouche, E. Herth, L. Calvet, N. Roland, and C. Loyez, "Dielectric characterization based on a printable resonant stub in air and a liquid environment," *physica status solidi (a)*, vol. 214, 05/15 2017, doi: 10.1002/pssa.201700138.
- [30] M. H. Zarifi and M. Daneshmand, "Liquid sensing in aquatic environment using high quality planar microwave resonator," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 225, pp. 517-521, 2016/03/31/ 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2015.11.063>.
- [31] V. Rawat, V. Nadkarni, and S. N. Kale, "ISM (Industrial Scientific and Medical standard) band flex fuel sensor using electrical metamaterial device," *Applied Physics A*, vol. 123, no. 1, p. 75, 2016/12/23 2016, doi: 10.1007/s00339-016-0695-2.
- [32] H. Samant, A. K. Jha, and M. J. Akhtar, "Design of coplanar dual band resonator sensor for microwave characterization of dispersive liquids," *2015 IEEE MTT-S International Microwave and RF Conference (IMaRC)*, pp. 249-252, 2015.
- [33] A. Mohd Bahar, Z. Zakaria, S. R. Ab Rashid, A. Isa, R. Alahnomi, and D. Yosza, *Microfluidic planar resonator sensor with highly precise measurement for microwave applications*. 2017, pp. 1843-1846.
- [34] N. Y. Kim, R. Dhakal, K. K. Adhikari, E. S. Kim, and C. Wang, "A reusable robust radio frequency biosensor using microwave resonator by integrated passive device technology for quantitative detection of glucose level," *Biosensors and Bioelectronics*, vol. 67, pp. 687-693, 2015/05/15/ 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.bios.2014.10.021>.
- [35] V. V. Deshmukh and R. B. Ghongade, "Measurement of dielectric properties of aqueous glucose using planar ring resonator," in *2016 International Conference on Microelectronics, Computing and Communications (MicroCom)*, 23-25 Jan. 2016

- 2016, pp. 1-5, doi: 10.1109/MicroCom.2016.7522542. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=7522542&ref=>
- [36] R. Kumari, P. N. Patel, and R. Yadav, "An ENG resonator-based microwave sensor for the characterization of aqueous glucose," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 51, no. 7, p. 075601, 2018/01/29 2018, doi: 10.1088/1361-6463/aaa5c5.
- [37] T. Qiang, C. Wang, and N. Y. Kim, "Quantitative detection of glucose level based on radiofrequency patch biosensor combined with volume-fixed structures," (in eng), *Biosens Bioelectron*, vol. 98, pp. 357-363, Dec 15 2017, doi: 10.1016/j.bios.2017.06.057.
- [38] A. Buragohain, A. T. T. Mostako, and G. S. Das, "Low-Cost CSRR Based Sensor for Determination of Dielectric Constant of Liquid Samples," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 24, pp. 27450-27457, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3124329.
- [39] S. Kiani, P. Rezaei, and M. Fakhr, "Dual-Frequency Microwave Resonant Sensor to Detect Noninvasive Glucose-Level Changes Through the Fingertip," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 70, pp. 1-8, 2021, doi: 10.1109/TIM.2021.3052011.
- [40] A. Verma, S. Bhushan, P. Narayan Tripathi, M. Goswami, and B. R. Singh, "A defected ground split ring resonator for an ultra-fast, selective sensing of glucose content in blood plasma," *Journal of Electromagnetic Waves and Applications*, vol. 31, pp. 1-13, 05/22 2017, doi: 10.1080/09205071.2017.1325011.
- [41] H. Abdelwahab, A. Ebrahimi, F. J. Tovar-Lopez, G. Beziuk, and K. Ghorbani, "Extremely Sensitive Microwave Microfluidic Dielectric Sensor Using a Transmission Line Loaded with Shunt LC Resonators," *Sensors*, vol. 21, no. 20, p. 6811, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/21/20/6811>.
- [42] K. Wu, D. Deslandes, and Y. Cassivi, "The substrate integrated circuits - a new concept for high-frequency electronics and optoelectronics," in *6th International Conference on Telecommunications in Modern Satellite, Cable and Broadcasting Service, 2003. TELSIKS 2003.*, 1-3 Oct. 2003 2003, vol. 1, pp. P-III, doi: 10.1109/TELSKS.2003.1246173. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=1246173&ref=>
- [43] J. B. Pendry, A. J. Holden, D. J. Robbins, and W. J. Stewart, "Magnetism from conductors and enhanced nonlinear phenomena," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 47, no. 11, pp. 2075-2084, 1999, doi: 10.1109/22.798002.
- [44] A. H. Allah, G. A. Eyebe, and F. Domingue, "Fully 3D-Printed Microfluidic Sensor Using Substrate Integrated Waveguide Technology for Liquid Permittivity Characterization," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 11, pp. 10541-10550, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3170507.
- [45] P. V. Ferran Martín, Jonathan Muñoz-Enano, Lijuan Su, "Planar Microwave Sensors," Wiley, 2022.

- [46] J. Wu *et al.*, "Design and validation of liquid permittivity sensor based on RCRR microstrip metamaterial," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 280, pp. 222-227, 2018/09/01/ 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2018.07.037>.
- [47] C. H. Tseng and C. Y. Yang, "Novel Microwave Frequency-Locked-Loop-Based Sensor for Complex Permittivity Measurement of Liquid Solutions," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 70, no. 10, pp. 4556-4565, 2022, doi: 10.1109/TMTT.2022.3198691.
- [48] Q. Jiang, Y. Yu, Y. Zhao, Y. Zhang, L. Liu, and Z. Li, "Ultra-Compact Effective Localized Surface Plasmonic Sensor for Permittivity Measurement of Aqueous Ethanol Solution With High Sensitivity," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 70, pp. 1-9, 2021, doi: 10.1109/TIM.2021.3092783.
- [49] E. Massoni, G. Siciliano, M. Bozzi, and L. Perregrini, "Enhanced Cavity Sensor in SIW Technology for Material Characterization," *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 28, no. 10, pp. 948-950, 2018, doi: 10.1109/LMWC.2018.2864876.
- [50] A. Mohd Bahar, Z. Zakaria, S. R. Ab Rashid, A. Isa, and R. Alahnomi, "Dielectric analysis of liquid solvents using microwave resonator sensor for high efficiency measurement," *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 59, pp. 367-371, 02/01 2017, doi: 10.1002/mop.30315.
- [51] T. Markovic, G. Maenhout, M. Martinic, and B. Nauwelaers, "Complementary Split-Ring Resonator for Microwave Heating of  $\mu\text{L}$  Volumes in Microwells in Continuous Microfluidics," *Chemosensors*, vol. 9, no. 7, p. 184, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2227-9040/9/7/184>.
- [52] A. Salim, S.-H. Kim, J. Park, and S. Lim, "Microfluidic Biosensor Based on Microwave Substrate-Integrated Waveguide Cavity Resonator," *Journal of Sensors*, vol. 2018, pp. 1-13, 02/01 2018, doi: 10.1155/2018/1324145.
- [53] A. Kumar *et al.*, "Ultrafast Detection and Discrimination of Methanol Gas Using a Polyindole-Embedded Substrate Integrated Waveguide Microwave Sensor," *ACS Sensors*, vol. 5, no. 12, pp. 3939-3948, 2020/12/24 2020, doi: 10.1021/acssensors.0c01589.
- [54] M. Martinic, T. Markovic, A. Baric, and B. Nauwelaers, "A 4  $\times$  4 Array of Complementary Split-Ring Resonators for Label-Free Dielectric Spectroscopy," *Chemosensors*, vol. 9, no. 12, p. 348, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2227-9040/9/12/348>.
- [55] M. Abdolrazzagli, M. Daneshmand, and A. K. Iyer, "Strongly Enhanced Sensitivity in Planar Microwave Sensors Based on Metamaterial Coupling," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 66, no. 4, pp. 1843-1855, 2018, doi: 10.1109/TMTT.2018.2791942.
- [56] W. S. Zhao, B. X. Wang, D. W. Wang, B. You, Q. Liu, and G. Wang, "Swarm Intelligence Algorithm-Based Optimal Design of Microwave Microfluidic Sensors," *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, vol. 69, no. 2, pp. 2077-2087, 2022, doi: 10.1109/TIE.2021.3063873.



- [57] Y. I. Abdulkarim *et al.*, "The Detection of Chemical Materials with a Metamaterial-Based Sensor Incorporating Oval Wing Resonators," *Electronics*, vol. 9, no. 5, p. 825, 2020. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2079-9292/9/5/825>.
- [58] L. Wu, S. Babikian, G. P. Li, and M. Bachman, "Microfluidic printed circuit boards," *Proceedings - Electronic Components and Technology Conference*, pp. 1576-1581, 05/01 2011, doi: 10.1109/ECTC.2011.5898721.
- [59] P. Słobodzian, J. Macioszczyk, K. Malecha, and L. Golonka, *A LTCC microwave-microfluidic reactor*. 2016, pp. 1-4.
- [60] T. He *et al.*, "Integrated wireless microfluidic liquid sensors based on low temperature co-fired ceramic (LTCC) technology," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 346, p. 113840, 2022/10/16/ 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2022.113840>.
- [61] Y. Liang *et al.*, "An LC Wireless Microfluidic Sensor Based on Low Temperature Co-Fired Ceramic (LTCC) Technology," *Sensors*, vol. 19, no. 5, p. 1189, 2019. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/19/5/1189>.
- [62] K. Malecha, "The utilization of LTCC-PDMS bonding technology for microfluidic system applications – a simple fluorescent sensor," *Microelectronics International*, vol. 33, pp. 141-148, 08/01 2016, doi: 10.1108/MI-03-2016-0027.
- [63] J. Luo, T. Dziubla, and R. Eitel, "A low temperature co-fired ceramic based microfluidic Clark-type oxygen sensor for real-time oxygen sensing," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 240, pp. 392-397, 2017/03/01/ 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2016.08.180>.
- [64] H. García-Martínez, E. Ávila-Navarro, G. Torregrosa-Penalva, A. Rodríguez-Martínez, C. Blanco-Angulo, and M. de la Casa-Lillo, "Low-Cost Additive Manufacturing Techniques Applied to the Design of Planar Microwave Circuits by Fused Deposition Modeling," *Polymers*, vol. 12, no. 9, p. 1946, 2020. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2073-4360/12/9/1946>.
- [65] N. Duangrit, B. Hong, A. D. Burnett, P. Akkaraekthalin, I. D. Robertson, and N. Somjit, "Terahertz Dielectric Property Characterization of Photopolymers for Additive Manufacturing," *IEEE Access*, vol. 7, pp. 12339-12347, 2019, doi: 10.1109/ACCESS.2019.2893196.
- [66] G. Savvides *et al.*, "3D Rapid-Prototyped 21-31-GHz Hollow SIWs for Low-Cost 5G IoT and Robotic Applications," *IEEE Access*, vol. 9, pp. 11750-11760, 2021, doi: 10.1109/ACCESS.2021.3051180.
- [67] G. Torregrosa-Penalva, H. García-Martínez, Á. E. Ortega-Argüello, A. Rodríguez-Martínez, A. Busqué-Nadal, and E. Ávila-Navarro, "Implementation of Microwave Circuits Using Stereolithography," *Polymers*, vol. 14, no. 8, p. 1612, 2022. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2073-4360/14/8/1612>.
- [68] O. A. Peverini *et al.*, "Selective Laser Melting Manufacturing of Microwave Waveguide Devices," *Proceedings of the IEEE*, vol. 105, no. 4, pp. 620-631, 2017, doi: 10.1109/JPROC.2016.2620148.

- [69] Y. Kim and S. Lim, "Low Loss Substrate-Integrated Waveguide Using 3D-Printed Non-Uniform Honeycomb-Shaped Material," *IEEE Access*, vol. 8, pp. 191090-191099, 2020, doi: 10.1109/ACCESS.2020.3032132.
- [70] Y. Zuo, Z. Yao, H. Lin, J. Zhou, J. Lu, and J. Ding, "Digital light processing 3D printing of graphene/carbonyl iron/polymethyl methacrylate nanocomposites for efficient microwave absorption," *Composites Part B: Engineering*, vol. 179, p. 107533, 2019/12/15/ 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107533>.
- [71] J. Muñoz-Enano, P. Vélez, M. Gil, and F. Martín, "Planar Microwave Resonant Sensors: A Review and Recent Developments," *Applied Sciences*, vol. 10, no. 7, p. 2615, 2020. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2076-3417/10/7/2615>.
- [72] I. S. Seo, W. S. Chin, and D. G. Lee, "Characterization of electromagnetic properties of polymeric composite materials with free space method," *Composite Structures*, vol. 66, no. 1, pp. 533-542, 2004/10/01/ 2004, doi: <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2004.04.076>.
- [73] F. J. F. Gonçalves, A. G. M. Pinto, R. C. Mesquita, E. J. Silva, and A. Brancaccio, "Free-Space Materials Characterization by Reflection and Transmission Measurements using Frequency-by-Frequency and Multi-Frequency Algorithms," *Electronics*, vol. 7, no. 10, doi: 10.3390/electronics7100260.
- [74] J. Baker-Jarvis, "Transmission 1 Reflection and Short-circuit Line Permittivity Measurements," 2017.
- [75] F. Costa, M. Borgese, M. Degiorgi, and A. Monorchio, "Electromagnetic Characterisation of Materials by Using Transmission/Reflection (T/R) Devices," *Electronics*, vol. 6, no. 4, p. 95, 2017. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2079-9292/6/4/95>.
- [76] E. Rothwell, J. Frasch, S. Ellison, P. Chahal, and R. Ouedraogo, "Analysis of the Nicolson-Ross-Weir method for characterizing the electromagnetic properties of engineered materials," *Progress In Electromagnetics Research*, vol. 157, pp. 31-47, 01/01 2016, doi: 10.2528/PIER16071706.
- [77] M. A. Stuchly and S. S. Stuchly, "Coaxial Line Reflection Methods for Measuring Dielectric Properties of Biological Substances at Radio and Microwave Frequencies-A Review," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 29, no. 3, pp. 176-183, 1980, doi: 10.1109/TIM.1980.4314902.
- [78] E. C. Burdette, F. L. Cain, and J. Seals, "In Vivo Probe Measurement Technique for Determining Dielectric Properties at VHF through Microwave Frequencies," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 28, no. 4, pp. 414-427, 1980, doi: 10.1109/TMTT.1980.1130087.
- [79] O. S. Bakam Nguenouho, "Design of electromagnetic sensors dedicated to the monitoring of physiological data and based on the exploitation of ionic and/or dipolar properties of materials

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

- de Bretagne occidentale - Brest, 2022BRES0015, 2022. [Online]. Available: <https://theses.hal.science/tel-03788422>
- [80] F. Moukanda Mbango, "Contribution to The Electrical Material Characterizations Used in Microelectronics RadioFrequency Contribution A La Caractérisation des Matériaux Utilisés en Microélectronique RadioFréquence," Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2008. [Online]. Available: <https://theses.hal.science/tel-00353177>
- [81] F. J. F. Gonçalves, A. G. M. Pinto, R. C. Mesquita, E. J. Silva, and A. Brancaccio, "Free-Space Materials Characterization by Reflection and Transmission Measurements using Frequency-by-Frequency and Multi-Frequency Algorithms," *Electronics*, vol. 7, no. 10, p. 260, 2018. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2079-9292/7/10/260>.
- [82] V. V. Varadan, R. D. Hollinger, D. K. Ghodgaonkar, and V. K. Varadan, "Free-space, broadband measurements of high-temperature, complex dielectric properties at microwave frequencies," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 40, no. 5, pp. 842-846, 1991, doi: 10.1109/19.106308.
- [83] A. Ebrahimi, W. Withayachumnankul, S. F. Al-Sarawi, and D. Abbott, "Dual-mode behavior of the complementary electric-LC resonators loaded on transmission line: Analysis and applications," *Journal of Applied Physics*, vol. 116, no. 8, p. 083705, 2014, doi: 10.1063/1.4893751.
- [84] M. Abdolrazzagli, R. Genov, and G. V. Eleftheriades, "Microwave Planar Sensor Antenna for Glucose Sensing in Aqueous Solutions," in *2021 IEEE International Symposium on Antennas and Propagation and USNC-URSI Radio Science Meeting (APS/URSI)*, 4-10 Dec. 2021 2021, pp. 127-128, doi: 10.1109/APS/URSI47566.2021.9704157.
- [85] H. Cano-Garcia *et al.*, "Reflection and transmission measurements using 60 GHz patch antennas in the presence of animal tissue for non-invasive glucose sensing," in *2016 10th European Conference on Antennas and Propagation (EuCAP)*, 10-15 April 2016 2016, pp. 1-3, doi: 10.1109/EuCAP.2016.7481178. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=7481178&ref=>
- [86] J. Hanna, J. Costantine, R. Kanj, A. A. Eid, Y. Tawk, and A. H. Ramadan, "A Slot Antenna for Non-invasive Detection of Blood Constituents Concentrations," in *2019 IEEE International Symposium on Antennas and Propagation and USNC-URSI Radio Science Meeting*, 7-12 July 2019 2019, pp. 1003-1004, doi: 10.1109/APUSNCURSINRSM.2019.8889278. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=8889278&ref=>
- [87] Y. Mahnashi, K. K. Qureshi, A. A. Al-Shehri, and H. Attia, "Design and Experimental Validation of a Noninvasive Glucose Monitoring System Using RF Antenna-Based Biosensor," *IEEE Sensors Journal*, vol. 23, no. 3, pp. 2856-2864, 2023, doi: 10.1109/JSEN.2022.3227382.
- [88] M. N. Hasan, S. Tamanna, P. Singh, M. D. Nadeem, and M. Rudramuni, "Cylindrical Dielectric Resonator Antenna Sensor for Non-Invasive Glucose Sensing

- Application," in *2019 6th International Conference on Signal Processing and Integrated Networks (SPIN)*, 7-8 March 2019 2019, pp. 961-964, doi: 10.1109/SPIN.2019.8711633. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=8711633&ref=>
- [89] B. Tlili, M. Asim, and R. Gadhaifi, "Non Invasive Glucose Detection with Rectangular Dielectric Resonator," in *2022 IEEE International Symposium on Antennas and Propagation and USNC-URSI Radio Science Meeting (AP-S/URSI)*, 10-15 July 2022 2022, pp. 1338-1339, doi: 10.1109/AP-S/USNC-URSI47032.2022.9887245. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=9887245&ref=>
- [90] T. Chretiennot, D. Dubuc, and K. Grenier, "A Microwave and Microfluidic Planar Resonator for Efficient and Accurate Complex Permittivity Characterization of Aqueous Solutions," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 61, no. 2, pp. 972-978, 2013, doi: 10.1109/TMTT.2012.2231877.
- [91] M. Hofmann, M. Bloss, R. Weigel, G. Fischer, and D. Kissinger, "Non-invasive glucose monitoring using open electromagnetic waveguides," in *2012 42nd European Microwave Conference*, 29 Oct.-1 Nov. 2012 2012, pp. 546-549, doi: 10.23919/EuMC.2012.6459152. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=6459152&ref=>
- [92] S. Nagae and A. Hirose, "Proposal Of Three-Port Dielectric Waveguide Probes For Human Blood Glucose Monitoring," in *IGARSS 2019 - 2019 IEEE International Geoscience and Remote Sensing Symposium*, 28 July-2 Aug. 2019 2019, pp. 9188-9191, doi: 10.1109/IGARSS.2019.8897800.
- [93] X. Bao *et al.*, "Broadband Dielectric Spectroscopy of Cell Cultures," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 66, no. 12, pp. 5750-5759, 2018, doi: 10.1109/TMTT.2018.2873395.
- [94] G. Govind and M. J. Akhtar, "Metamaterial-Inspired Microwave Microfluidic Sensor for Glucose Monitoring in Aqueous Solutions," *IEEE Sensors Journal*, vol. 19, no. 24, pp. 11900-11907, 2019, doi: 10.1109/JSEN.2019.2938853.
- [95] X. Zhang, C. Ruan, and Y. Cao, "A dual-mode microwave sensor for edible oil characterization using magnetic-LC Resonators," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 333, p. 113275, 2022/01/01/ 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2021.113275>.
- [96] J. Kim, A. Babajanyan, A. Hovsepyan, K. Lee, and B. Friedman, "Microwave dielectric resonator biosensor for aqueous glucose solution," *Review of Scientific Instruments*, vol. 79, no. 8, p. 086107, 2008, doi: 10.1063/1.2968115.
- [97] A. E. Omer *et al.*, "Multiple-Cell Microfluidic Dielectric Resonator for Liquid Sensing Applications," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 5, pp. 6094-6104, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2020.3041700.
- [98] C. Hannachi, F. Deshours, G. Alquie, and H. Kokabi, "Assessment of Finger Fat Pad Effect on CSRR-Based Sensor Scattering Parameters for Non-Invasive Blood

- Glucose Level Detection," *Sensors*, vol. 23, no. 1, p. 473, 2023. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/23/1/473>.
- [99] D. J. Rowe, S. al-Malki, A. A. Abduljabar, A. Porch, D. A. Barrow, and C. J. Allender, "Improved Split-Ring Resonator for Microfluidic Sensing," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 62, no. 3, pp. 689-699, 2014, doi: 10.1109/TMTT.2014.2299514.
- [100] V. S. Chaudhary, D. Kumar, and S. Kumar, "SPR-Assisted Photonic Crystal Fiber-Based Dual-Wavelength Single Polarizing Filter With Improved Performance," *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 49, no. 12, pp. 3803-3810, 2021, doi: 10.1109/TPS.2021.3126671.
- [101] A. A. Mohd Bahar, Z. Zakaria, M. K. Md. Arshad, A. A. M. Isa, Y. Dasril, and R. A. Alahnomi, "Real Time Microwave Biochemical Sensor Based on Circular SIW Approach for Aqueous Dielectric Detection," *Scientific Reports*, vol. 9, no. 1, p. 5467, 2019/04/02 2019, doi: 10.1038/s41598-019-41702-3.
- [102] H. Yue, Q. Zhao, S. Zhu, and J. Huang, "A Miniaturized Active Dual SIW Re-Entrant Resonators for High-Resolution and Ultra-low-Limit-Concentration Detection to Glucose Solutions," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, pp. 1-13, 2022, doi: 10.1109/TMTT.2022.3222420.
- [103] R. S. Hassan, J. Lee, and S. Kim, "A Minimally Invasive Implantable Sensor for Continuous Wireless Glucose Monitoring Based on a Passive Resonator," *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, vol. 19, no. 1, pp. 124-128, 2020, doi: 10.1109/LAWP.2019.2955176.
- [104] J. F. O'Hara *et al.*, "Thin-film sensing with planar terahertz metamaterials: sensitivity and limitations," *Opt. Express*, vol. 16, no. 3, pp. 1786-1795, 2008/02/04 2008, doi: 10.1364/OE.16.001786.
- [105] C. Sabah and H. G. Roskos, "Terahertz sensing application by using planar split-ring-resonator structures," *Microsystem Technologies*, vol. 18, no. 12, pp. 2071-2076, 2012/12/01 2012, doi: 10.1007/s00542-012-1559-0.
- [106] M. Beruete and I. Jáuregui-López, "Terahertz Sensing Based on Metasurfaces," *Advanced Optical Materials*, vol. 8, no. 3, p. 1900721, 2020, doi: <https://doi.org/10.1002/adom.201900721>.
- [107] J. Krupka, K. Derzakowski, A. Abramowicz, M. E. Tobar, and R. G. Geyer, "Use of whispering-gallery modes for complex permittivity determinations of ultra-low-loss dielectric materials," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 47, no. 6, pp. 752-759, 1999, doi: 10.1109/22.769347.
- [108] M. Puentes, M. Maasch, M. Schubler, and R. Jakoby, "Frequency Multiplexed 2-Dimensional Sensor Array Based on Split-Ring Resonators for Organic Tissue Analysis," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 60, no. 6, pp. 1720-1727, 2012, doi: 10.1109/TMTT.2012.2189241.
- [109] C. S. Lee and C. L. Yang, "Complementary Split-Ring Resonators for Measuring Dielectric Constants and Loss Tangents," *IEEE Microwave and Wireless*

- Components Letters*, vol. 24, no. 8, pp. 563-565, 2014, doi: 10.1109/LMWC.2014.2318900.
- [110] M. H. Zarifi *et al.*, "A Microwave Ring Resonator Sensor for Early Detection of Breaches in Pipeline Coatings," *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, vol. 65, no. 2, pp. 1626-1635, 2018, doi: 10.1109/TIE.2017.2733449.
- [111] L. Su, J. Mata-Contreras, P. Vélez, A. Fernández-Prieto, and F. Martín, "Analytical Method to Estimate the Complex Permittivity of Oil Samples," *Sensors*, vol. 18, no. 4, p. 984, 2018. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/18/4/984>.
- [112] A. Ebrahimi *et al.*, "Highly Sensitive Phase-Variation Dielectric Constant Sensor Based on a Capacitively-Loaded Slow-Wave Transmission Line," *IEEE Transactions on Circuits and Systems I: Regular Papers*, vol. 68, no. 7, pp. 2787-2799, 2021, doi: 10.1109/TCSI.2021.3074570.
- [113] J. Muñoz-Enano, P. Vélez, M. G. Barba, J. Mata-Contreras, and F. Martín, "Differential-Mode to Common-Mode Conversion Detector Based on Rat-Race Hybrid Couplers: Analysis and Application to Differential Sensors and Comparators," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 68, no. 4, pp. 1312-1325, 2020, doi: 10.1109/TMTT.2019.2955676.
- [114] J. Muñoz-Enano, P. Vélez, L. Su, M. Gil-Barba, and F. Martín, "A Reflective-Mode Phase-Variation Displacement Sensor," *IEEE Access*, vol. 8, pp. 189565-189575, 2020, doi: 10.1109/ACCESS.2020.3031032.
- [115] A. K. Jha, A. Lamecki, M. Mrozowski, and M. Bozzi, "A Highly Sensitive Planar Microwave Sensor for Detecting Direction and Angle of Rotation," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 68, no. 4, pp. 1598-1609, 2020, doi: 10.1109/TMTT.2019.2957369.
- [116] J. Muñoz-Enano, P. Vélez, L. Su, M. Gil, P. Casacuberta, and F. Martín, "On the Sensitivity of Reflective-Mode Phase-Variation Sensors Based on Open-Ended Stepped-Impedance Transmission Lines: Theoretical Analysis and Experimental Validation," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 69, no. 1, pp. 308-324, 2021, doi: 10.1109/TMTT.2020.3023728.
- [117] J. Mata-Contreras, C. Herrojo, and F. Martín, "Application of Split Ring Resonator (SRR) Loaded Transmission Lines to the Design of Angular Displacement and Velocity Sensors for Space Applications," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 65, no. 11, pp. 4450-4460, 2017, doi: 10.1109/TMTT.2017.2693981.
- [118] J. Mata-Contreras, C. Herrojo, and F. Martín, "Detecting the Rotation Direction in Contactless Angular Velocity Sensors Implemented With Rotors Loaded With Multiple Chains of Resonators," *IEEE Sensors Journal*, vol. 18, no. 17, pp. 7055-7065, 2018, doi: 10.1109/JSEN.2018.2853643.
- [119] L. Su, J. Mata-Contreras, P. Vélez, and F. Martín, "Splitter/Combiner Microstrip Sections Loaded With Pairs of Complementary Split Ring Resonators (CSRRs): Modeling and Optimization for Differential Sensing Applications," *IEEE*

- Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 64, no. 12, pp. 4362-4370, 2016, doi: 10.1109/TMTT.2016.2623311.
- [120] P. Vélez, K. Grenier, J. Mata-Contreras, D. Dubuc, and F. Martín, "Highly-Sensitive Microwave Sensors Based on Open Complementary Split Ring Resonators (OCSRRs) for Dielectric Characterization and Solute Concentration Measurement in Liquids," *IEEE Access*, vol. 6, pp. 48324-48338, 2018, doi: 10.1109/ACCESS.2018.2867077.
- [121] H. Y. Gan *et al.*, "Differential Microwave Microfluidic Sensor Based on Microstrip Complementary Split-Ring Resonator (MCSRR) Structure," *IEEE Sensors Journal*, vol. 20, no. 11, pp. 5876-5884, 2020, doi: 10.1109/JSEN.2020.2973196.
- [122] A. Ebrahimi, F. J. Tovar-Lopez, J. Scott, and K. Ghorbani, "Differential microwave sensor for characterization of glycerol–water solutions," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 321, p. 128561, 2020/10/15/ 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2020.128561>.
- [123] M. Ndoye, I. Kerroum, D. Deslandes, and F. Domingue, "Air-Filled Substrate Integrated Cavity Resonator for Humidity Sensing," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 252, 06/01 2017, doi: 10.1016/j.snb.2017.06.101.
- [124] D. Girbau, R. Á. A. Lazaro, S. Rima, and R. Villarino, "Passive Wireless Temperature Sensor Based on Time-Coded UWB Chipless RFID Tags," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 60, no. 11, pp. 3623-3632, 2012, doi: 10.1109/TMTT.2012.2213838.
- [125] Y. Kim, Y. Cui, M. M. Tentzeris, and S. Lim, "Additively manufactured electromagnetic based planar pressure sensor using substrate integrated waveguide technology," *Additive Manufacturing*, vol. 34, p. 101225, 2020/08/01/ 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101225>.
- [126] K. Gopalakrishnan *et al.*, "Applications of Microwaves in Medicine Leveraging Artificial Intelligence: Future Perspectives," *Electronics*, vol. 12, no. 5, doi: 10.3390/electronics12051101.
- [127] M. A. H. Ansari, A. K. Jha, and M. J. Akhtar, "Design and Application of the CSRR-Based Planar Sensor for Noninvasive Measurement of Complex Permittivity," *IEEE Sensors Journal*, vol. 15, no. 12, pp. 7181-7189, 2015, doi: 10.1109/JSEN.2015.2469683.
- [128] A. A. Mohd Bahar, Z. Zakaria, S. R. Ab Rashid, A. A. M. Isa, and R. A. Alahnomi, "Dielectric analysis of liquid solvents using microwave resonator sensor for high efficiency measurement," *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 59, no. 2, pp. 367-371, 2017, doi: <https://doi.org/10.1002/mop.30315>.
- [129] "Color Plates," in *In Vivo Glucose Sensing*, 2009, pp. c1-c4.
- [130] G. Buonanno, A. Brancaccio, S. Costanzo, and R. Solimene, "Spectral Methods for Response Enhancement of Microwave Resonant Sensors in Continuous Non-Invasive Blood Glucose Monitoring," *Bioengineering*, vol. 9, no. 4, p. 156, 2022. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2306-5354/9/4/156>.

- [131] A. Ebrahimi, W. Withayachumnankul, S. F. Al-Sarawi, and D. Abbott, "Microwave microfluidic sensor for determination of glucose concentration in water," in *2015 IEEE 15th Mediterranean Microwave Symposium (MMS)*, 30 Nov.-2 Dec. 2015 2015, pp. 1-3, doi: 10.1109/MMS.2015.7375441. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=7375441&ref=>
- [132] X. Fu *et al.*, "NSRR Microwave Sensor Based on PLL Technology for Glucose Detection," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 71, no. 2, pp. 763-772, 2023, doi: 10.1109/TMTT.2022.3193696.
- [133] P. Akkaraekthalin *et al.*, "Electromagnetic-based Innovative Sensors for Industrial and Agricultural Applications," in *2020 IEEE International RF and Microwave Conference (RFM)*, 14-16 Dec. 2020 2020, pp. 1-4, doi: 10.1109/RFM50841.2020.9344730.
- [134] K. Malecha, L. Jasińska, A. Grytsko, K. Drzozga, P. Słobodzian, and J. Cabaj, "Monolithic Microwave-Microfluidic Sensors Made with Low Temperature Co-Fired Ceramic (LTCC) Technology," *Sensors*, vol. 19, no. 3, p. 577, 2019. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/19/3/577>.
- [135] L. J. Golonka, "Technology and applications of Low Temperature Cofired Ceramic (LTCC) based sensors and microsystems," *Bulletin of The Polish Academy of Sciences-technical Sciences*, vol. 54, pp. 221-231, 2006.
- [136] Y. Alvarez-Braña, J. Etxebarria-Elezgarai, L. Ruiz de Larrinaga-Vicente, F. Benito-Lopez, and L. Basabe-Desmonts, "Modular micropumps fabricated by 3D printed technologies for polymeric microfluidic device applications," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 342, p. 129991, 2021/09/01/ 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2021.129991>.
- [137] S. Moscato *et al.*, "Exploiting 3D printed substrate for microfluidic SIW sensor," in *2015 European Microwave Conference (EuMC)*, 7-10 Sept. 2015 2015, pp. 28-31, doi: 10.1109/EuMC.2015.7345691. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=7345691&ref=>
- [138] G. M. Rocco, M. Bozzi, S. Marconi, G. Alaimo, F. Auricchio, and D. Schreurs, "3D-Printed Microfluidic Sensor in Substrate Integrated Waveguide Technology," in *2018 IEEE MTT-S International Microwave Workshop Series on Advanced Materials and Processes for RF and THz Applications (IMWS-AMP)*, 16-18 July 2018 2018, pp. 1-3, doi: 10.1109/IMWS-AMP.2018.8457168. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=8457168&ref=>
- [139] W. Su, S. Wang, R. Bahr, and M. M. Tentzeris, "Smart Floating Balls: 3D Printed Spherical Antennas and Sensors for Water Quality Monitoring," in *2018 IEEE/MTT-S International Microwave Symposium - IMS*, 10-15 June 2018 2018, pp. 55-58, doi: 10.1109/MWSYM.2018.8439350. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=8439350&ref=>
- [140] M. U. Memon and S. Lim, "Microwave Chemical Sensor Using Substrate-Integrated-Waveguide Cavity [corrected]," (in eng), *Sensors (Basel)*, vol. 16, no. 11, Oct 31 2016, doi: 10.3390/s16111829.



- [141] A. Salim, S. Ghosh, and S. Lim, "Low-Cost and Lightweight 3D-Printed Split-Ring Resonator for Chemical Sensing Applications," *Sensors*, vol. 18, no. 9, p. 3049, 2018. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/18/9/3049>.
- [142] A. Ebrahimi, W. Withayachumnankul, S. F. Al-Sarawi, and D. Abbott, "Microwave microfluidic sensor for determination of glucose concentration in water," *2015 IEEE 15th Mediterranean Microwave Symposium (MMS)*, pp. 1-3, 2015.
- [143] R. Kumari, P. Patel, and R. Yadav, "An ENG Resonator-Based Microwave Sensor for the Characterization of Aqueous Glucose," *Journal of Physics D Applied Physics*, vol. 51, 01/08 2018, doi: 10.1088/1361-6463/aaa5c5.
- [144] H. Hao, D. Wang, and Z. Wang, "Design of Substrate-Integrated Waveguide Loading Multiple Complementary Open Resonant Rings (CSRRs) for Dielectric Constant Measurement," *Sensors*, vol. 20, no. 3, p. 857, 2020. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/20/3/857>.
- [145] A. M. Albishi, M. K. E. Badawe, V. Nayyeri, and O. M. Ramahi, "Enhancing the Sensitivity of Dielectric Sensors With Multiple Coupled Complementary Split-Ring Resonators," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 68, no. 10, pp. 4340-4347, 2020, doi: 10.1109/TMTT.2020.3002996.
- [146] A. E. Omer *et al.*, "Low-cost portable microwave sensor for non-invasive monitoring of blood glucose level: novel design utilizing a four-cell CSRR hexagonal configuration," *Scientific Reports*, vol. 10, no. 1, p. 15200, 2020/09/16 2020, doi: 10.1038/s41598-020-72114-3.
- [147] M. Abdolrazzaghi, M. H. Zarifi, and M. Daneshmand, "Sensitivity enhancement of split ring resonator based liquid sensors," in *2016 IEEE SENSORS*, 30 Oct.-3 Nov. 2016 2016, pp. 1-3, doi: 10.1109/ICSENS.2016.7808957.
- [148] E. L. Chuma, Y. Iano, G. Fontgalland, L. L. B. Roger, and H. Loschi, "PCB-integrated non-destructive microwave sensor for liquid dielectric spectroscopy based on planar metamaterial resonator," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 312, p. 112112, 2020/09/01/ 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2020.112112>.
- [149] E. L. Chuma, Y. Iano, S. Barcelos, L. E. Y. Herrera, L. B. da Fonseca Filho, and R. Cruz, "Surface crack detection in pipelines using CSRR microwave based sensor," *Progress In Electromagnetics Research C*, vol. 105, pp. 11-21, 2020.
- [150] X. Song and S. Yan, "A miniaturized SIW circular cavity resonator for microfluidic sensing applications," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 313, p. 112183, 2020/10/01/ 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2020.112183>.
- [151] D. Prakash and N. Gupta, "High-Sensitivity Grooved CSRR-Based Sensor for Liquid Chemical Characterization," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 19, pp. 18463-18470, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3198837.
- [152] M. Saadat-Safa, V. Nayyeri, A. Ghadimi, M. Soleimani, and O. M. Ramahi, "A Pixelated Microwave Near-Field Sensor for Precise Characterization of Dielectric Materials," *Scientific Reports*, vol. 9, no. 1, p. 13310, 2019/09/16 2019, doi: 10.1038/s41598-019-49767-w.

- [153] B. X. Wang, W. S. Zhao, D. W. Wang, J. Wang, W. Li, and J. Liu, "Optimal Design of Planar Microwave Microfluidic Sensors Based on Deep Reinforcement Learning," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 24, pp. 27441-27449, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3124294.
- [154] L. C. Fan, W. S. Zhao, D. W. Wang, Q. Liu, S. Chen, and G. Wang, "An Ultrahigh Sensitivity Microwave Sensor for Microfluidic Applications," *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 30, no. 12, pp. 1201-1204, 2020, doi: 10.1109/LMWC.2020.3029060.
- [155] W. J. Wu, W. S. Zhao, D. W. Wang, B. Yuan, and G. Wang, "Ultrahigh-Sensitivity Microwave Microfluidic Sensors Based on Modified Complementary Electric-LC and Split-Ring Resonator Structures," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 17, pp. 18756-18763, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3090086.
- [156] J.-H. Suh *et al.*, "Fully integrated and portable semiconductor-type multi-gas sensing module for IoT applications," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 265, pp. 660-667, 2018/07/15/ 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2018.03.099>.
- [157] M. Li, Y. Yang, F. Iacopi, M. Yamada, and J. Nulman, "Compact Multilayer Bandpass Filter Using Low-Temperature Additively Manufacturing Solution," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 68, no. 7, pp. 3163-3169, 2021, doi: 10.1109/TED.2021.3072926.
- [158] J. Zhu *et al.*, "Additively Manufactured Millimeter-Wave Dual-Band Single-Polarization Shared Aperture Fresnel Zone Plate Metalens Antenna," *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, vol. PP, pp. 1-1, 04/06 2021, doi: 10.1109/TAP.2021.3070224.
- [159] J. Y. Yu, G. H. Liu, Z. Q. Chen, Y. Song, and M. H. You, "Design of OCSRR-Based Differential Microwave Sensor for Microfluidic Applications," *IEEE Sensors Journal*, pp. 1-1, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3211566.
- [160] A. H. Omidvar, A. Amanati Shahri, A. L. C. Serrano, J. Gruber, and G. Pamplona Rehder, "A Highly Sensitive Molecularly Imprinted Polymer (MIP)-Coated Microwave Glucose Sensor," *Sensors*, vol. 22, no. 22, p. 8648, 2022. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/22/22/8648>.
- [161] P. K. Varshney, A. Sharma, and M. J. Akhtar, "Exploration of adulteration in some food materials using high-sensitivity configuration of electric-LC resonator sensor," *International Journal of RF and Microwave Computer-Aided Engineering*, vol. 30, no. 2, p. 22045, 2020, doi: <https://doi.org/10.1002/mmce.22045>.
- [162] C.-P. Jen, T. G. Amstislavskaya, Y.-H. Liu, J.-H. Hsiao, and Y.-H. Chen, "Single-Cell Electric Lysis on an Electroosmotic-Driven Microfluidic Chip with Arrays of Microwells," *Sensors*, vol. 12, no. 6, pp. 6967-6977, 2012. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/12/6/6967>.
- [163] T. W. Murphy, Q. Zhang, L. B. Naler, S. Ma, and C. Lu, "Recent advances in the use of microfluidic technologies for single cell analysis," (in eng), *Analyst*, vol. 143, no. 1, pp. 60-80, Dec 18 2017, doi: 10.1039/c7an01346a.

- [164] ANSYS, "Ansys HFSS," ed, 2022, pp. <https://www.ansys.com/products/electronics/ansys-hfss>.
- [165] D. M. Pozar, *Microwave engineering*. Fourth edition. Hoboken, NJ : Wiley, [2012] ©2012, 2012.
- [166] M. S. Boybay and O. M. Ramahi, "Material Characterization Using Complementary Split-Ring Resonators," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 61, no. 11, pp. 3039-3046, 2012, doi: 10.1109/TIM.2012.2203450.
- [167] C. P. N. C. K. O. L. F. Chen, V. V. Varadan, and V. K. Varadan, "Microwave Theory and Techniques for Materials Characterization," in *Microwave Electronics*, 2004, pp. 37-141.
- [168] C.-M. Chen, J. Xu, and Y. Yao, "Fabrication of miniaturized CSRR-loaded HMSIW humidity sensors with high sensitivity and ultra-low humidity hysteresis," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 256, pp. 1100-1106, 2018/03/01/ 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2017.10.057>.
- [169] Y. Cassivi, L. Perregri, P. Arcioni, M. Bressan, K. Wu, and G. Conciauro, "Dispersion characteristics of substrate integrated rectangular waveguide," *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 12, no. 9, pp. 333-335, 2002, doi: 10.1109/LMWC.2002.803188.
- [170] J. Muñoz-Enano, J. Martel, P. Vélez, F. Medina, L. Su, and F. Martín, "Parametric Analysis of the Edge Capacitance of Uniform Slots and Application to Frequency-Variation Permittivity Sensors," *Applied Sciences*, vol. 11, no. 15, p. 7000, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2076-3417/11/15/7000>.
- [171] J. Muñoz-Enano, O. Peytral-Rieu, P. Vélez, D. Dubuc, K. Grenier, and F. Martín, "Characterization of the Denaturation of Bovine Serum Albumin (BSA) Protein by Means of a Differential-Mode Microwave Microfluidic Sensor Based on Slot Resonators," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 14, pp. 14075-14083, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3181542.
- [172] J. Bonache, M. Gil, I. Gil, J. Garcia-Garcia, and F. Martin, "On the electrical characteristics of complementary metamaterial resonators," *IEEE Microw. Wireless Compon. Lett.*, vol. 16, no. 10, pp. 543-545, Sep. 2006, doi: 10.1109/LMWC.2006.882400.
- [173] A. Ebrahimi, J. Scott, and K. Ghorbani, "Ultrahigh-sensitivity microwave sensor for microfluidic complex permittivity measurement," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 67, no. 10, pp. 4269-4277, Aug. 2019, doi: 10.1109/TMTT.2019.2932737.
- [174] J. Z. Bao, M. L. Swicord, and C. C. Davis, "Microwave dielectric characterization of binary mixtures of water, methanol, and ethanol," *The Journal of Chemical Physics*, vol. 104, no. 12, pp. 4441-4450, 1996, doi: 10.1063/1.471197.
- [175] N. Dimension, "DragonFly LMD," 2022. [Online]. Available: <https://www.nano-di.com/ame-dragonfly-ldm>.

- [176] T. Tilford, S. Stoyanov, J. Braun, J. C. Janhsen, M. K. Patel, and C. Bailey, "Comparative reliability of inkjet-printed electronics packaging," *IEEE Trans. Compon. Packag. Manuf. Technol.*, vol. 11, no. 2, pp. 351–362, Jan. 2021, doi: 10.1109/TCPMT.2021.3049952.
- [177] J. Z. Bao, M. L. Swicord, and C. C. Davis, "Microwave dielectric characterization of binary mixtures of water, methanol, and ethanol," *J. Chem. Phys.*, vol. 104, no. 12, pp. 4441–4450, Jun. 1996, doi: 10.1063/1.471197.
- [178] Y.-Y. Yang, J. Ren, Q.-X. Li, Z.-Y. Zhou, S.-G. Sun, and W.-B. Cai, "Electrocatalysis of Ethanol on a Pd Electrode in Alkaline Media: An in Situ Attenuated Total Reflection Surface-Enhanced Infrared Absorption Spectroscopy Study," *ACS Catalysis*, vol. 4, no. 3, pp. 798–803, 2014/03/07 2014, doi: 10.1021/cs401198t.
- [179] D. W. Lachenmeier, "Safety evaluation of topical applications of ethanol on the skin and inside the oral cavity," (in eng), *J Occup Med Toxicol*, vol. 3, p. 26, Nov 13 2008, doi: 10.1186/1745-6673-3-26.
- [180] X. Jiang, Y. Wang, and M. Li, "Selecting water-alcohol mixed solvent for synthesis of polydopamine nano-spheres using solubility parameter," (in eng), *Sci Rep*, vol. 4, p. 6070, Aug 14 2014, doi: 10.1038/srep06070.
- [181] Z. Zhang, X. Huang, P. Yao, and J. Xue, "A New Method for Weld Dilution Calculation through Chemical Composition Analysis," *Metals*, vol. 11, no. 1, p. 131, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2075-4701/11/1/131>.
- [182] H. Thenmozhi, M. Mani Rajan, V. Devika, D. Vigneswaran, and N. Ayyanar, "D-glucose sensor using photonic crystal fiber," *Optik*, vol. 145, pp. 489–494, 2017/09/01/ 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2017.08.039>.
- [183] E. H. Yoo and S. Y. Lee, "Glucose biosensors: an overview of use in clinical practice," (in eng), *Sensors (Basel)*, vol. 10, no. 5, pp. 4558–76, 2010, doi: 10.3390/s100504558.
- [184] H. Lee, Y. J. Hong, S. Baik, T. Hyeon, and D.-H. Kim, "Enzyme-Based Glucose Sensor: From Invasive to Wearable Device," *Advanced Healthcare Materials*, vol. 7, no. 8, p. 1701150, 2018, doi: <https://doi.org/10.1002/adhm.201701150>.
- [185] A. E. Omer, A. Hojjati-Firoozabadi, S. Gigoyan, S. Safavi-Naeini, and G. Shaker, "Non-Reciprocal Whispering-Gallery-Mode Resonator for Sensitive Blood Glucose Monitoring," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 71, pp. 1–12, 2022, doi: 10.1109/TIM.2022.3154823.
- [186] H.-C. Wang and A.-R. Lee, "Recent developments in blood glucose sensors," *Journal of Food and Drug Analysis*, vol. 23, no. 2, pp. 191–200, 2015/06/01/ 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jfda.2014.12.001>.
- [187] N. H. Cho *et al.*, "IDF Diabetes Atlas: Global estimates of diabetes prevalence for 2017 and projections for 2045," (in eng), *Diabetes Res Clin Pract*, vol. 138, pp. 271–281, Apr 2018, doi: 10.1016/j.diabres.2018.02.023.
- [188] C. M. A. Brady, and M. McCann, *Fundamentals of Medicalsurgical Nursing*. Hoboken, NJ, USA: Wiley, 2013.

- [189] A. Goyal *et al.*, "Differential clinical outcomes associated with hypoglycemia and hyperglycemia in acute myocardial infarction," (in eng), *Circulation*, vol. 120, no. 24, pp. 2429-37, Dec 15 2009, doi: 10.1161/circulationaha.108.837765.
- [190] Keysight, "N9928A FieldFox Handheld Microwave Vector Network Analyzer, 26.5 GHz," ed, 2023.
- [191] Keysight, "85521A Cal kit, 4-in-1 OSLT, DC to 26.5 GHz, 3.5 mm(f)," ed, 2023.
- [192] G. R. Koirala, R. Dhakal, E.-S. Kim, Z. Yao, and N.-Y. Kim, "Radio Frequency Detection and Characterization of Water-Ethanol Solution through Spiral-Coupled Passive Micro-Resonator Sensor," *Sensors*, vol. 18, no. 4, p. 1075, 2018. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/18/4/1075>.
- [193] K. S. L. Parvathi and S. R. Gupta, "Two-channel dual-band microwave EBG sensor for simultaneous dielectric detection of liquids," *AEU - International Journal of Electronics and Communications*, vol. 146, p. 154099, 2022/03/01/ 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.aeue.2021.154099>.
- [194] G. Koirala, E. S. Kim, and N. Kim, "Micro-Resonator Based Bivariate Detection of Glucose Concentration With Phenylboronic Acid Functionalized Reduced Graphene Oxide," *IEEE Access*, vol. PP, pp. 1-1, 10/18 2018, doi: 10.1109/ACCESS.2018.2874174.
- [195] H. Xu *et al.*, "Miniaturized microwave microfluidic sensor based on quarter-mode 2.5-D spoof plasmons," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 342, p. 113621, 2022/08/01/ 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2022.113621>.
- [196] S. Kayal, T. Shaw, and D. Mitra, "Design of metamaterial-based compact and highly sensitive microwave liquid sensor," *Applied Physics A*, vol. 126, 12/09 2019, doi: 10.1007/s00339-019-3186-4.
- [197] Z. Wei *et al.*, "A High-Sensitivity Microfluidic Sensor Based on a Substrate Integrated Waveguide Re-Entrant Cavity for Complex Permittivity Measurement of Liquids," *Sensors*, vol. 18, no. 11, p. 4005, 2018. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/18/11/4005>.
- [198] C. S. Lee, B. Bai, Q. R. Song, Z. Q. Wang, and G. F. Li, "Open Complementary Split-Ring Resonator Sensor for Dropping-Based Liquid Dielectric Characterization," *IEEE Sensors Journal*, vol. 19, no. 24, pp. 11880-11890, 2019, doi: 10.1109/JSEN.2019.2938184.
- [199] S. Kiani, P. Rezaei, M. Navaei, and M. S. Abrishamian, "Microwave Sensor for Detection of Solid Material Permittivity in Single/Multilayer Samples With High Quality Factor," *IEEE Sensors Journal*, vol. 18, no. 24, pp. 9971-9977, 2018, doi: 10.1109/JSEN.2018.2873544.
- [200] W. Ye, D. W. Wang, J. Wang, S. Chen, G. Wang, and W. S. Zhao, "An Ultrahigh-Sensitivity Dual-Mode Microwave Sensor for Microfluidic Applications," *IEEE Microwave and Wireless Technology Letters*, vol. 33, no. 7, pp. 1082-1085, 2023, doi: 10.1109/LMWT.2023.3252008.

- [201] H. Choi *et al.*, "Design and In Vitro Interference Test of Microwave Noninvasive Blood Glucose Monitoring Sensor," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 63, no. 10, pp. 3016-3025, 2015, doi: 10.1109/TMTT.2015.2472019.
- [202] B. Xie *et al.*, "High-Sensitivity Liquid Dielectric Characterization Differential Sensor by 1-Bit Coding DGS," *Sensors*, vol. 23, no. 1, p. 372, 2023. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/23/1/372>.
- [203] A. H. Allah, G. A. Eyebe, and F. Domingue, "Fully 3D-printed Microfluidic Substrate Integrated Waveguide based Sensor for in Vitro Diagnostics of Diabetes," in *2023 53rd European Microwave Conference (EuMC)*, 19-21 Sept. 2023 2023, pp. 560-563, doi: 10.23919/EuMC58039.2023.10290694.
- [204] C. Jang, j. k. Park, H.-J. Lee, G.-H. Yun, and J.-G. Yook, "Temperature-Corrected Fluidic Glucose Sensor Based on Microwave Resonator," *Sensors*, vol. 18, p. 3850, 11/09 2018, doi: 10.3390/s18113850.
- [205] J. H. Park, C. S. Kim, B. C. Choi, and K. Y. Ham, "The correlation of the complex dielectric constant and blood glucose at low frequency," (in eng), *Biosens Bioelectron*, vol. 19, no. 4, pp. 321-4, Dec 15 2003, doi: 10.1016/s0956-5663(03)00188-x.
- [206] W. L. Clarke, D. Cox, L. A. Gonder-Frederick, W. Carter, and S. L. Pohl, "Evaluating clinical accuracy of systems for self-monitoring of blood glucose," (in eng), *Diabetes Care*, vol. 10, no. 5, pp. 622-8, Sep-Oct 1987, doi: 10.2337/diacare.10.5.622.
- [207] A. Ebrahimi, W. Withayachumnankul, S. Al-Sarawi, and D. Abbott, "High-sensitivity metamaterial-inspired sensor for microfluidic dielectric characterization," *IEEE Sensors J.*, vol. 14, no. 5, pp. 1345–1351, Dec. 2014, doi: 10.1109/JSEN.2013.2295312.
- [208] G. Gennarelli, S. Romeo, M. R. Scarfi, and F. Soldovieri, "A microwave resonant sensor for concentration measurements of liquid solutions," *IEEE Sensors J.*, vol. 13, no. 5, pp. 1857–1864, Jan. 2013, doi: 10.1109/JSEN.2013.2244035.
- [209] W. J. Wu and W. S. Zhao, "A Differential THz/MW Sensor for Characterizing Liquid Samples Based on CSRs," *IEEE Sensors Journal*, pp. 1-1, 2023, doi: 10.1109/JSEN.2023.3264878.
- [210] D. J. Rowe, S. Al-Malki, A. A. Abduljabar, A. Porch, D. A. Barrow, and C. J. Allender, "Improved split-ring resonator for microfluidic sensing," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 62, no. 3, pp. 689–699, Jan. 2014, doi: 10.1109/TMTT.2014.2299514.
- [211] S. Kayal, T. Shaw, and D. Mitra, "Design of metamaterial-based compact and highly sensitive microwave liquid sensor," *Appl. Phys. A*, vol. 126, no. 1, p. 13, Dec. 2019, doi: 10.1007/s00339-019-3186-4.
- [212] K. S. L. Parvathi and S. R. Gupta, "Ultrahigh-Sensitivity and Compact EBG-Based Microwave Sensor for Liquid Characterization," *IEEE Sensors Letters*, vol. 6, no. 4, pp. 1-4, 2022, doi: 10.1109/LSENS.2022.3159800.

- [213] X. Song and S. Yan, "A Sensitivity-Enhanced Sensor Based on Zeroth-Order Resonance for Liquid Characterization," *IEEE Journal of Electromagnetics, RF and Microwaves in Medicine and Biology*, vol. 6, no. 3, pp. 391-398, 2022, doi: 10.1109/JERM.2022.3146192.
- [214] H. Y. Gan *et al.*, "Differential microwave microfluidic sensor based on microstrip complementary split-ring resonator (MCSRR) structure," *IEEE Sensors J.*, vol. 20, no. 11, pp. 5876–5884, Feb. 2020, doi: 10.1109/JSEN.2020.2973196.
- [215] N. A. Rahman *et al.*, "Liquid Permittivity Sensing Using Teeth Gear-Circular Substrate Integrated Waveguide," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 12, pp. 11690-11697, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3166561.
- [216] J. Yu, G. Liu, Z. Cheng, Y. Song, and M. You, "Design of OCSRR-Based Differential Microwave Sensor for Microfluidic Applications," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 22, pp. 21489-21497, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3211566.
- [217] L. C. Fan, W. S. Zhao, D. W. Wang, Q. Liu, S. Chen, and G. Wang, "An ultrahigh sensitivity microwave sensor for microfluidic applications," *IEEE Microw. Wireless Compon. Lett.*, vol. 30, no. 12, pp. 1201–1204, Oct. 2020, doi: 10.1109/LMWC.2020.3029060.
- [218] W. J. Wu, W. S. Zhao, D. W. Wang, B. Yuan, and G. Wang, "Ultrahigh-sensitivity microwave microfluidic sensors based on modified complementary electric-LC and split-ring resonator structures," *IEEE Sensors J.*, vol. 21, no. 17, pp. 18756–18763, Jun. 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3090086.
- [219] S. Y. Huang *et al.*, "Microstrip Line-Based Glucose Sensor for Noninvasive Continuous Monitoring Using the Main Field for Sensing and Multivariable Crosschecking," *IEEE Sensors Journal*, vol. 19, no. 2, pp. 535-547, 2019, doi: 10.1109/JSEN.2018.2877691.
- [220] V. Turgul and I. Kale, "Simulating the Effects of Skin Thickness and Fingerprints to Highlight Problems With Non-Invasive RF Blood Glucose Sensing From Fingertips," *IEEE Sensors Journal*, vol. 17, no. 22, pp. 7553-7560, 2017, doi: 10.1109/JSEN.2017.2757083.
- [221] Omkar, W. Yu, and S. Y. Huang, "T-Shaped Patterned Microstrip Line for Noninvasive Continuous Glucose Sensing," *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 28, no. 10, pp. 942-944, 2018, doi: 10.1109/LMWC.2018.2861565.
- [222] P. Mohammadi, A. Mohammadi, S. Demir, and A. Kara, "Compact Size, and Highly Sensitive, Microwave Sensor for Non-Invasive Measurement of Blood Glucose Level," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 14, pp. 16033-16042, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3075576.
- [223] M. Zhang *et al.*, "Microfluidic microwave biosensor based on biomimetic materials for the quantitative detection of glucose," *Scientific Reports*, vol. 12, no. 1, p. 15961, 2022/09/24 2022, doi: 10.1038/s41598-022-20285-6.
- [224] E. Mansour, A. Allam, and A. B. Abdel-Rahman, "A novel approach to non-invasive blood glucose sensing based on a single-slot defected ground structure," *International*

*Journal of Microwave and Wireless Technologies*, vol. 15, no. 1, pp. 32-40, 2023, doi: 10.1017/S1759078722000174.

- [225] A. Niembro-Martín *et al.*, "Slow-Wave Substrate Integrated Waveguide," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 62, no. 8, pp. 1625-1633, 2014, doi: 10.1109/TMTT.2014.2328974.
- [226] W. J. Wu and W. S. Zhao, "A Modified MLC-Based Microwave Sensing System for Retrieving Permittivity of Liquid Samples," *IEEE Sensors Journal*, vol. 23, no. 15, pp. 16805-16813, 2023, doi: 10.1109/JSEN.2023.3284868.
- [227] W. J. Wu and W. S. Zhao, "A Microwave Sensor System Based on Oscillating Technique for Characterizing Complex Permittivity of Liquid Samples," *IEEE Sensors Journal*, vol. 23, no. 21, pp. 25958-25970, 2023, doi: 10.1109/JSEN.2023.3319322.



# **Annexe A – Fully 3D-printed Microfluidic Sensor Using Substrate Integrated Waveguide Technology for Liquid Permittivity Characterization**

Abdelhak Hamid Allah<sup>1</sup>, Guy Ayissi Eyebe<sup>1</sup>, and Frédéric Domingue<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Electrical and Computer Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières, Trois-Rivières, QC G9A 5H7, Canada

Article publié en juin 2022 dans : **IEEE Sensor Journal**

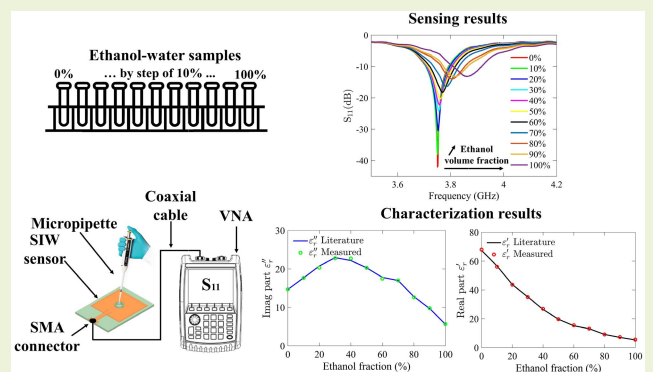
DOI: **10.1109/JSEN.2022.3170507**

# Fully 3D-Printed Microfluidic Sensor Using Substrate Integrated Waveguide Technology for Liquid Permittivity Characterization

Abdelhak Hamid Allah<sup>1</sup>, Guy Ayissi Eyebe<sup>1</sup>, and Frédéric Domingue

**Abstract**—This paper proposes a fully 3D-printed electromagnetic (EM) microfluidic sensor using rectangular substrate integrated waveguide (SIW) for liquid complex permittivity characterization. The proposed microfluidic sensor is fabricated with a novel additive manufacturing process in which dielectric and conductive inks are simultaneously 3D-printed, allowing high print quality, rapid prototyping, and arbitrary geometry. The fabrication process removes the need for post-printing sintering and cleaning steps that require harmful chemicals. The sensor structure is composed of upper and lower metal plates and a series of cylindrical metal side vias. Since the electric field is high at the center of the SIW cavity in  $TE_{101}$  mode, a cylindrical dielectric sample container in the form of a microwell is built into the center of the SIW cavity to maximize the perturbation of the liquid under test (LUT). The application of LUT samples to the microwell results in a change in the resonance frequency and peak attenuation from which the LUT sample is characterized. Ethanol-water mixtures are used as LUTs for validation. The proposed sensor has been verified numerically and experimentally, reducing the resonant frequency from 3.750 GHz to 3.862 GHz by increasing the ethanol volume fraction from 0% to 100%. The sensor showed good sensitivity of 0.345% and a stable frequency change was observed over five measurement repetitions. To the best of our knowledge, this article presents the first fully 3D-printed SIW microfluidic sensor and demonstrates its ability to detect and characterize the liquid complex permittivity.

**Index Terms**—Electromagnetic sensor, microfluidic sensor, substrate integrated waveguide, 3D printing, additive manufacturing.



## I. INTRODUCTION

TRADITIONAL liquid biomonitoring sensor approaches used in biological and chemical analysis, as well as in quality determination, require large volumes of liquid to fill valves or tubes, resulting in significant liquid waste during analysis and measurement processes. To solve this waste problem, microfluidic sensors have been proposed. However, traditional microfluidic sensors have significant drawbacks, including the involvement of invasive technologies such as cell staining in conventional detection systems (optical, electrochemical, etc.) [1]–[6].

Manuscript received March 29, 2022; revised April 24, 2022; accepted April 24, 2022. Date of publication April 26, 2022; date of current version May 31, 2022. This work was supported in part by the Natural Science and Engineering Research Council of Canada. The associate editor coordinating the review of this article and approving it for publication was Prof. Santosh Kumar. (Corresponding author: Abdelhak Hamid Allah.)

The authors are with Department of Electrical and Computer Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières, Trois-Rivières, QC G9A 5H7, Canada (e-mail: abdelhak.hamid.allah@uqtr.ca; guy.ayissi.eyebe@uqtr.ca; frederic.domingue@uqtr.ca).  
Digital Object Identifier 10.1109/JSEN.2022.3170507

Microwave-based sensors have attracted considerable interest in microfluidics, as they are non-destructive [7] and require only small volumes of microliters [7], [8] or nanoliters [9] to achieve characterization. These sensors can be small and inexpensive yet can accurately detect and characterize materials in many chemical and biological applications [10]–[12]. The interaction between liquids under test (LUTs) and an electromagnetic (EM) field has been used to develop different types of microwave microfluidic sensors. In the literature, these sensors are typically coplanar waveguide resonators [13], interdigital capacitors [14], split-ring resonators, complementary split-ring resonators [15]–[17], or substrate integrated waveguide [18], [19].

Substrate integrated waveguide (SIW) is a promising technology for realizing microfluidic sensing applications due to its ability to provide the advantages of conventional waveguides, such as low losses (radiation and leakage), high Q-factor, and superior power handling capability [20]. SIW technology enables the implementation of low-loss and cost-effective structures. The high energy of the electric field concentrated in

the center of the SIW cavity has been exploited in a variety of applications such as humidity sensing [21], [22], blood glucose detection [23], and chemical detection and characterization [18], [24].

Additive manufacturing electronics (AME) technology is becoming very popular in the fields of health, science, and engineering [25], [26]. Several commercial 3D printers combine low production cost with high printing precision, offering users many design options. One of the greatest advantages of this modern technology is the wide variety of complex shapes that can be produced. Many objects that cannot be made in one piece with traditional manufacturing can be easily produced with a 3D printer [27], [28]. In addition, the development of new flexible printable materials has made it possible to manufacture wearable monitoring sensors [29], [30]. Thanks to these particularities, 3D-printing technologies have been widely exploited in recent years in the development of microwave-based sensing components for future generations of IoT (Internet of Things) and smart health applications [31] [31]. Among the proposed microwave components, there is a strong emphasis on liquid biomonitoring applications.

3D manufacturing of SIW sensors and components has become vital given the flexibility that 3D technology offers for adapting SIW structure to many sensing and microwave applications. Several papers in the literature have exploited 3D technology to fabricate a 3D SIW sensor (e.g., a pressure sensor [32], a liquid characterization SIW sensor [33], [34]) or to fabricate 3D SIW components [35]–[38]. These papers employed various printing technologies and commercially available printers, including stereolithography (SLA) and selective laser sintering (SLS) technologies by FromLabs (FromLabs, USA), fused deposition modeling (FDM) technology from Ultimaker 2 (Ultimaker, Netherlands) [37], and polymer jetting (PJ) technology from 3D Stratasys Objet 1000 (Stratasys, Israel-USA) [36]. The manufacturing process for these 3D SIW sensors and components has generally been divided into three main steps: first, manufacturing a 3D dielectric substrate [32], [33]; second, metallization of the upper and lower plates of the structure, either manually [33] or with an electronic 3D printer like the Dimatix (Fujifilm, Japan) [32]; and third, manual insertion of metallized vias, usually commercial stainless-steel rivets [32], [38].

Despite rapid advances in 3D printing technologies used for SIW sensors and components, disadvantages remain, mainly the complexity of the printing process, low print quality, and the unavailability of a fully 3D-printed sensor. In fact, most designs proposed in the literature involve a long and complex manufacturing process in which only the substrate is 3D-printed. The 3D printing concept is not used for the whole sensor, and in addition, assembly of the final sensor prototype requires the supervision and intervention of the printer operator. Such problems result in low-quality printing and assembly, as well as limiting automation of the manufacturing process.

This paper presents a fully 3D-printed SIW microfluidic sensor based on an innovative additive manufacturing technology that facilitates high quality printing. This technology allows fabrication of the whole sensor in a one-step with minimal supervision, circumventing the conventional

manufacturing processes reported in the literature. Furthermore, unlike other manufacturing processes, this method does not require additional steps for sintering or chemical treatment. Another key contribution of this paper is the use of a small and fully integrated microwell as the sample container to minimize the volume of LUT required for characterization. The main advantages of the proposed solution are total flexibility in the design and manufacture of the whole sensor and a simple, low cost and environmentally friendly process.

To the best of our knowledge, this work presents the first fully 3D-printed SIW microfluidic sensor, which is printed in a one-step using only two materials simultaneously to fabricate the sample container and the SIW cavity. And demonstrates for the first time the ability of a fully 3D-printed SIW sensor to detect and characterize the complex permittivity of different concentrations of LUT using microwave signals.

The rest of this paper is organized as follows. In Section II, we present the state of the art of SIW 3D printing technologies, the process of our proposed additive manufacturing technology, and the materials used in printing and validation. In Section III, we describe the sensor design and sensing principle. In Section IV, we report the fabrication, validation processes. Section V provides the results and discussion. Section VI concludes the paper.

## II. 3D PRINTING OF SIW SENSORS

### A. State-of-the-Art of SIW 3D Printing Technologies

3D printing technologies used for SIW sensors are classified into four categories: stereolithography (SLA), selective laser sintering (SLS), fused deposition modeling (FDM), and polymer jetting (PJ). As comprehensively reported in [36] and [39], comparison between the four technologies may be summarized as follows.

SLA (stereolithography) uses light sources —laser beam or ultraviolet (UV) — to mold 3D structures by selectively curing resin-based photopolymers. The resolution of this technology depends on the size of the light spot used to shape the 3D structure. The best SLA structure height printing resolution is typically 25  $\mu\text{m}$ . With this technology, a surface roughness of less than 10  $\mu\text{m}$  can be achieved.

SLS (selective laser sintering) uses powdered polymer materials, patterned layer by layer with a high-intensity laser beam for selective sintering. The best SLS printing resolution for structure height is usually 20  $\mu\text{m}$ . The print resolution depends on the size of the particles in the powder material. However, this technology offers very limited material choices for granular powder, which limits its use in microwave structures.

FDM (fused deposition modeling) uses thermoplastic materials in the form of filaments. This technology builds a model by placing a molten filament along a predetermined path through a heated nozzle that melts the material and applies the plastic layer by layer to a building platform. Each layer is deposited one at a time until the 3D structure is complete. Compared to other printing technologies, this technology offers the lowest print resolution and highest surface roughness. The standard layer height range for a single print path is 50 to 500  $\mu\text{m}$ , which is limited by the nozzle size and viscosity of the laminate material.

PJ (polymer jetting) offers the best print accuracy and resolution of these four technologies. This technology is similar to inkjet printing in that it uses a nozzle head to deposit liquid photopolymer onto the print area. The photosensitive polymer material is then cured by ultraviolet (UV) light to gradually form a 3D pattern structure. The optimal print resolution for the height of the structure is about  $14 \mu\text{m}$  and the surface roughness is less than  $10 \mu\text{m}$ .

3D manufacturing of SIW sensors and components requires a technology sophisticated enough to print both conductive and insulating structures. None of the aforementioned technologies are capable of executing this challenging task. Indeed, all 3D SIW sensors reported in the literature print only the insulator while the metallization of the SIW structure and insertion of vias are done manually by pre-existing conductive means, comprising, respectively, conductive film and metal rivets. Moreover, the resolution and print quality of these technologies are still insufficient to produce SIW structures well suited for sensing applications. The need for a new printing technology that would simultaneously print the 3D substrate, perform the metallization of the structure, and build the vias and microwell, while maintaining high print quality and resolution, was the motivation for the new printing technology proposed in this work.

### B. AME Printing Process

The proposed microfluidic SIW sensor is fabricated with on-demand piezoelectric printing technology using the Nano Dimension DragonFly LDM™ Lights-out Digital Manufacturing 3D printer (Nano Dimension, Israel) [40]. This printing system is notable in that it can simultaneously print conductive and insulating structures, using conductive ink (CI) and dielectric ink (DI). Its proprietary software can facilitate production of complex AME circuits like our EM microfluidic SIW sensor with minimal supervision, maintaining high print resolution and extreme accuracy—something that had been difficult to achieve with other 3D printing technologies. The printing platform offers virtually unlimited design flexibility to adapt SIW sensors to a wide range of sensing applications. It allowed us to fabricate the proposed SIW microfluidic sensor prototype, consisting of an SIW cavity and a microwell, in a single manufacturing process.

The printing system consists of two print heads (PH)—one for the conductive ink jet (CI-PH), and the other for the dielectric ink jet (DI-PH). Both inks have unique and compatible sintering and curing characteristics. The particle size of the inks is strictly controlled and has excellent stability. It is suitable for miniaturized precision AME circuits.

The proposed additive manufacturing process uses two 3D design softwares: Ansys HFSS and DS SolidWorks. The process is based on a few essential steps, which are summarized in Fig. 1:

- 1) Printing configuration with CAD files: design of 3D HFSS model, design of 3D SolidWorks model.
- 2) Mask transfer: import of 3D SolidWorks model to DragonFly LDM™ 3D printer.
- 3) Printing and sintering process control: configuration of printing and sintering parameters.

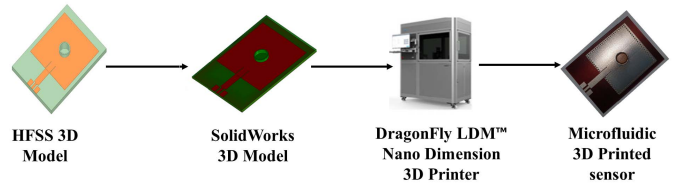


Fig. 1. Manufacturing process for the proposed microfluidic SIW sensor.

- 4) Printing validation: verification of performance and quality of printed model.

### C. Printing and Validation Materials

To print the proposed SIW microfluidic sensor, our materials consisted of two inks—a conductive ink (CI) and a dielectric ink (DI) optimized for use in the DragonFly LDM™ print heads and print plate (tray) as a substrate for the print job.

For the CI we used AgCite™90072 from Nano Dimension (Nano Dimension, Israel) [40]. This is a silver nanoparticle ink composed of pure silver particles (80 nanometers [d50]) with controlled characteristics such as particle shape and dispersion. These characteristics guarantee that each batch of AgCite™ ink can be used in a wide range of AME circuits for RF applications, while still retaining excellent conductivity and adhesion. In addition, unlike conventional metal powders that require high sintering temperatures, AgCite™ ink can reach a low enough fritting temperature to be compatible with the DI.

For the DI we used 1092 Dielectric UV Curable Acrylates Ink from Nano Dimension (Nano Dimension, Israel) [40]. This dielectric ink is developed to be complementary to the AgCite™ nanosilver conductive ink and to supply critical electrical insulation, even when printing small thicknesses of  $100 \mu\text{m}$ . Photopolymer DI is UV hardened during the DragonFly LDM™ printing operation. This ink has excellent uniform dielectric properties that have so far been tested up to a frequency of 20 GHz, thus permitting a variety of microwaves applications.

To validate the proposed microfluidic sensor, ethanol-water mixture test samples were prepared using deionized water and pure liquid ethanol in 100% concentration from Sigma-Aldrich (Sigma-Aldrich, USA).

## III. DESIGN OF SIW SENSOR

### A. Design of SIW Resonator

Fig. 2(a) shows a 3D view of the proposed SIW microfluidic sensor, which consists of an SIW cavity resonator with a cylindrical microwell built in the center of the SIW cavity to detect the LUT used in the perturbation. The purpose of the microwell and its location will be discussed in Section B.

The resonance frequency of the SIW cavity resonator in  $TE_{m0n}$  mode can be expressed as [41]:

$$f_{m0n} = \frac{c}{2\sqrt{\epsilon_r}} \sqrt{\left(\frac{m}{w_{\text{eff}}}\right)^2 + \left(\frac{n}{L_{\text{eff}}}\right)^2} \quad (1)$$

$$L_{\text{eff}} = L - \frac{D^2}{0.95b}; \quad W_{\text{eff}} = W - \frac{D^2}{0.95b} \quad (2)$$

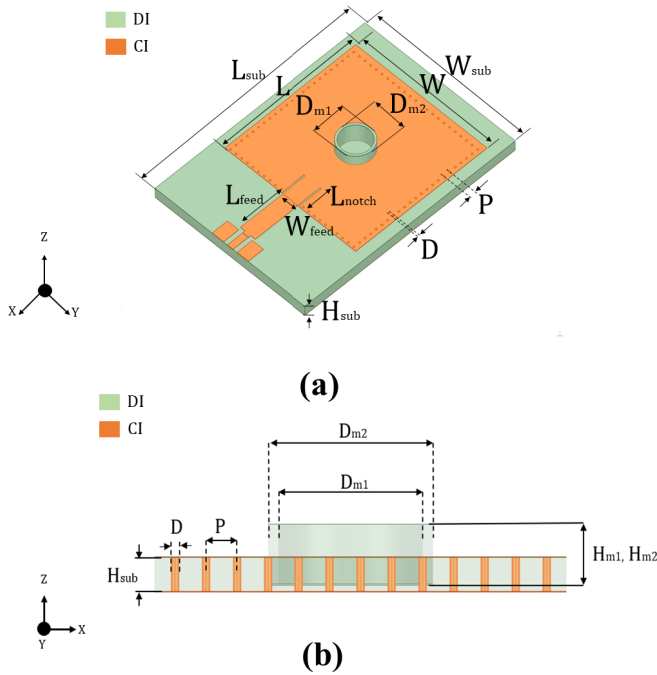


Fig. 2. (a) Top view of the proposed SIW cavity resonator as a microfluidic sensor, (b) cross-sectional view of the SIW cavity resonator showing the cup-shaped microwell geometry. The geometrical dimensions are:  $L_{\text{sub}} = 56$  mm,  $W_{\text{sub}} = 40$  mm,  $H_{\text{sub}} = 1.5$  mm,  $L = 35$  mm,  $W = 35$  mm,  $P = 1.5$  mm,  $D = 0.4$  mm,  $D_{m1} = 7$  mm,  $H_{m1} = 2.64$  mm,  $D_{m2} = 8$  mm,  $H_{m2} = 2.64$  mm.

where  $\epsilon_r$  is the permittivity of the dielectric material,  $W_{\text{eff}}$  and  $L_{\text{eff}}$  are respectively the effective width and effective length of the SIW structure, and the indices  $m$  and  $n$  are integers used for characterization of the mode of the SIW structure.

First, the rectangular patch is designed, followed by creation of a series of cylindrical metal side vias along the sides of the patch, connecting the upper (rectangular patch) and lower (ground plane) metal plates. These vias create a magnetic sidewall that confines the electric field inside the rectangular patch. To minimize dielectric loss, it is necessary to use a good dielectric material. Critical design parameters that affect the performance of the SIW cavity are the diameter of each via ( $D$ ) and the center-to-center distance between two consecutive vias (pitch [ $P$ ]), as shown below:

$$D < \frac{\lambda_g}{5}; \quad P < 2D \quad (3)$$

where  $\lambda_g$  indicates the length of the guided wave in the structure [41]. In order to reduce leakage loss between adjacent vias,  $P$  must be maintained at a low value [41]. In addition,  $D$  influences the return loss. The lateral vias form a magnetic wall near the edge of the rectangular patch. Thus, all electric field energy remains in the center of the SIW cavity, which can be used for detection applications. After consideration of leakage and radiation loss reductions, the values of  $D$  and  $P$  are 0.4 mm and 1.5 mm, respectively. The height of all vias is equivalent to the substrate thickness  $H_{\text{sub}} = 1.5$  mm.

The dimensions of the rectangular patch are  $L = 35\text{mm} \times W = 35\text{mm}$ . To excite the SIW structure in  $TE_{m0n}$  as the dominant mode at resonant frequency 3.80 GHz, we used a

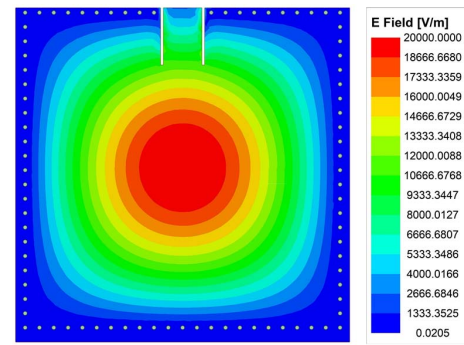


Fig. 3. Distribution of the electric field magnitude at the resonance frequency.

microstrip power supply line of width  $W_{\text{feed}} = 4.03\text{mm}$  and length  $L_{\text{feed}} = 12\text{mm}$ , a supply line made for  $50 \Omega$  matching with a subminiature version A (SMA) connector, as shown in Fig. 2. The dimensions of the matching notch around the supply line are  $L_{\text{notch}} = 0.4\text{mm}$ ,  $W_{\text{notch}} = 4.03\text{mm}$ .

## B. Sensing Principle and Implementation

The operating principle of the SIW sensor can be explained using small perturbation theory [42]. In order to conform to the requirements of small perturbation theory, the LUT used is maintained at a relatively small volume compared to that of the cavity. This theory is based on the well-known cavity perturbation approach, in which the LUT is added to a microwell located in the region where the electric field is highly concentrated.

In Fig. 3, according to the color chart, the electric field is maximal at the center of the cavity. At this location, the electric field perturbation will be highest. For this reason, the microwell has been built in the center of the SIW cavity. This allows the largest electric field to pass through the LUT-loaded microwell, which enhances interaction with the electric field and provides the highest sensitivity. The field distribution is then perturbed by the presence of the LUT, which leads to a considerable shift of the resonance frequency and a decrease of the Q-factor. This change in the resonant frequency and Q-factor of the SIW cavity can be related to the dielectric properties of the LUT using (4) and (5) [43].

$$\frac{f_r - f_0}{f_0} = \frac{-\int_{V_0} (\Delta\epsilon E_0 \cdot E_1 + \Delta\mu H_0 \cdot H_1) dv}{\int_{V_0} (\epsilon_0 |E_0|^2 + \mu_0 |H_0|^2) dv} \quad (4)$$

$$\frac{Q_0 - Q_r}{Q_0 Q_r} = \frac{\int_{V_0} (\Delta\epsilon'' E_0 \cdot E_1 + \Delta\mu'' H_0 \cdot H_1) dv}{\int_{V_0} (\epsilon_0 |E_0|^2 + \mu_0 |H_0|^2) dv} \quad (5)$$

$E_1$ ,  $E_0$  represent the electric field and  $H_1$ ,  $H_0$  the magnetic field with and without perturbation, respectively.  $\Delta\epsilon$  and  $\Delta\mu$  indicate the changes in permittivity and permeability when the LUT is added, and  $V_0$  represents the volume of the SIW cavity. It should be noted that (4) and (5) represent only the disturbance of electrical energy, caused by the increase in resonance frequency due to the purely dielectric LUT placed in the sensing area.

A single microwell port was chosen as the sample container to facilitate injection and removal of the LUT. It also

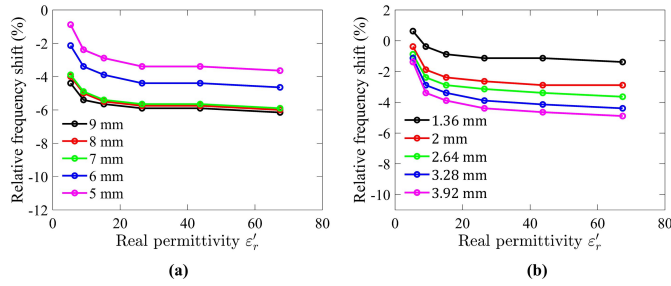


Fig. 4. Simulated relative frequency shift as a function of the relative permittivity of the LUT sample for different (a) diameters and (b) thickness of the sample container. The imaginary part of the permittivity of the LUT was considered in the simulations.

eliminates the need for a separate inlet and outlet, simplifying manufacturing complexity and reducing cost.

In order to obtain the best sensor performance, while using minimal LUT volume and reducing the total size of the SIW sensor, we studied several microwell dimensions numerically, by adjusting the diameter and the thickness of microwell. LUT samples with permittivity between 5.3 and 67.45 [44] are injected into the microwell, the frequency shift caused by the influence of the added LUTs is used to determine the relative frequency, this is defined as the ratio of the shifted resonance frequency to the resonant frequency for the empty microwell, which was then used to investigate the sensor performance.

From the simulation results in Fig. 4, it is evident that as the microwell diameter and thickness increase, a stronger interaction occurs between the LUT and the electric field, resulting in an increase in sensitivity. However, when the microwell diameter exceeds 7 mm, the relative frequency shift change seems to be stable, implying that almost all the transverse electric field is concentrated in the LUT. In other words, increasing the microwell diameter beyond a certain value causes an unnecessary waste of LUT with little effect on the sensor sensitivity. The final values chosen for the diameter were  $D_{m1} = 7\text{mm}$  and  $D_{m2} = 8\text{mm}$ , and for the thickness,  $H_{m1} = 2.64\text{mm}$  and  $H_{m2} = 2.64\text{mm}$ . Fig. 2(b). After considering the previously mentioned parameters, the volume  $V = 101\text{mm}^3$  of the optimized microwell can be calculated as  $V = \pi R_{m1}^2 H_{m1}$ , a volume equivalent to holding  $V = 101\mu\text{L}$  of LUT. The design, simulation, and optimization of the SIW cavity and microwell dimensions are based on analysis performed using Ansys HFSS software.

## IV. EXPERIMENT

### A. 3D Printing of SIW Sensor

After designing the 3D model of the sensor in HFSS and SolidWorks, this model was separated into two stereolithography CAD files (.STL), each file representing part of the sensor. The first file represents the dielectric part of the sensor structure, comprised of the substrate and microwell, and the second file represents the conductive part of the sensor structure, comprised of the patch, the ground and the vias array. These two STL files were then imported into the DragonFly LDM<sup>TM</sup> to begin the printing process, which is explained in Fig. 5:

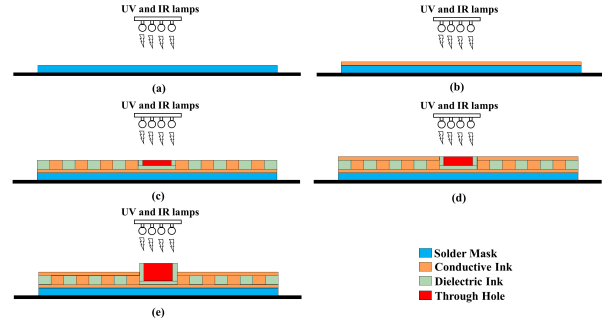


Fig. 5. Printing process for a one-step conductive/dielectric additive manufacturing method (cross-sectional view).

In the printing process, the sensor is built layer by layer, up to the full thickness of the sensor structure (3 mm). The printer can print boards with a maximum size (x, y, z) of  $160 \times 160 \times 3\text{mm}^3$ . The dielectric and conductive parts of the SIW sensor are printed with a structure height resolution of  $0.3\mu\text{m}$  and  $2.6\mu\text{m}$  respectively.

The DragonFly LDM<sup>TM</sup> can print the conductive and dielectric parts of the sensor simultaneously, using two specialized inks. The CI, comprised of silver nanoparticles suspended in a solvent, is jetted layer by layer by the CI-PH. The solvent then evaporates, allowing solidification of the deposited silver particles. The DragonFly LDM<sup>TM</sup> then uses thermal sintering to make the silver conductive. Sintering is a process of using heat and/or pressure to compact material into a solid conductive mass without melting it to the point of liquefaction. The DragonFly LDM<sup>TM</sup> printer's sintering process is based solely on heat, ensuring good sintering with a combination of infrared radiation (IR) from a heating unit and a printing plate (tray) temperature of  $140^\circ\text{C}$  to  $170^\circ\text{C}$ . The IR lamp is ventilated by fans during the entire printing process. On completion of printing, the conductive part of the sensor showed a high conductivity of  $11.02 \times 10^6\text{S/m}$  when the volume used was 0.7 ml.

Simultaneously to the above CI process, the DI-PH jets the DI, which is cured by UV LED lamps in a polymerization reaction that cross-links components of the ink, resulting in a dielectric polymer material. The UV light is well controlled to sinter the polymer and ensure that its optimal properties are maintained. The DI was printed with the following characteristics: dielectric constant  $\epsilon_r = 2.8$ , and a tangential loss  $\tan\delta = 0.011$  at 3.98 GHz. The volume of DI required to print the dielectric part of the sensor was 6.4 ml.

Once printing is complete, the operator performs electrical tests to verify the conductivity of the conductive part of the sensor and visual tests to verify the quality and resolution of the print. If necessary, an additional auto-sintering process can be applied to improve the conductivity results. The 3D-printed structure comes out of the printer very smooth (see Fig. 6), without ink waste or any impurities. Therefore, there is no need to wash it with isopropyl alcohol (IPA) or other chemical treatments, as required with conventional 3D printing technologies.

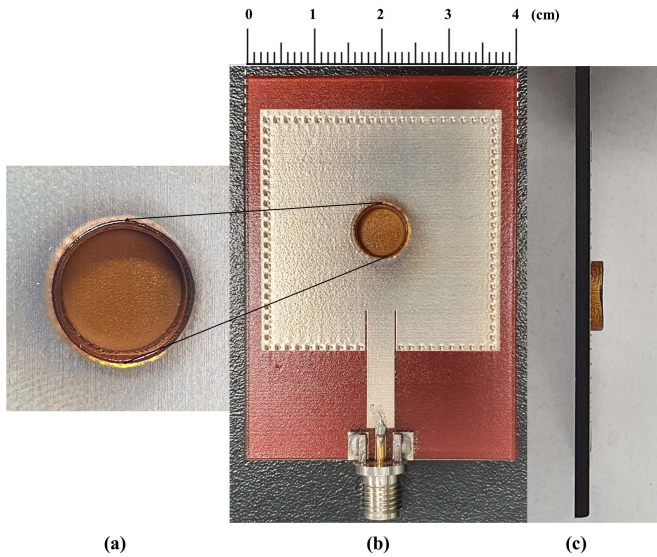


Fig. 6. Fabricated SIW cavity microfluidic sensor: (a) zoom view of microwell, (b) top view, (c) side view.

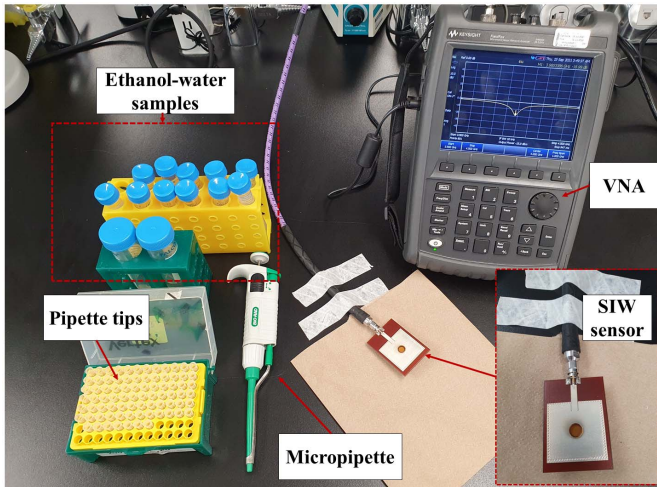


Fig. 7. Test platform for measurement and validation of sensor performances.

### B. Sample Preparation and Test Setup

To validate the proposed sensing principle, the ethanol-water mixture samples were first accurately prepared using a laboratory micropipette device with concentrations of ethanol in water from 0% to 100% with a 10% step between each set of samples. The dilution equation  $C_1V_1 = C_2V_2$  was used to calculate the volume  $V_1$  added from the standard ethanol solution of concentration  $C_1 = 100\%$ , to achieve the desired concentrations  $C_2$  for the prepared samples of volume  $V_2 = 15$  ml.

The test setup for measurement and validation is shown in Fig. 7. Where the SIW sensor is connected to a vector network analyzer (VNA N9928A) from Keysight Technologies (Keysight, USA) by sweeping across frequencies (2–6 GHz) at an ambient room temperature of 25°C with a resolution of 800 frequency points. To measure the reflection coefficient  $S_{11}$ , measurements are preceded by a standard open-short-load calibration process on port 1 of the VNA, which defines

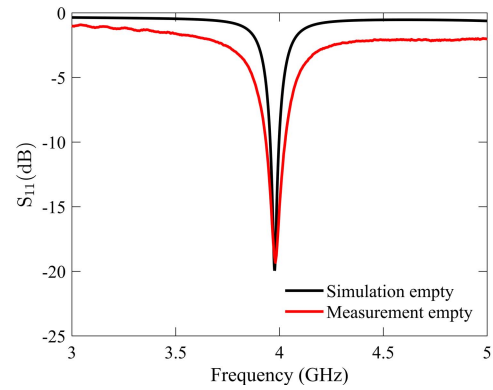


Fig. 8. Simulated and measurement reflection coefficient  $S_{11}$  when the microwell is empty.

TABLE I  
REFERENCE COMPLEX PERMITTIVITY OF ETHANOL-WATER MIXTURES [44]

Ethanol fraction (%)	$\epsilon'_r$	$\epsilon''_r$
0	67.44	14.66
10	56.7	17.69
20	43.74	20.77
30	35.21	22.95
40	26.5	22.19
50	19.69	20.31
60	15.18	17.8
70	13.08	16.99
80	9.13	12.79
90	7.05	9.71
100	5.3	5.61

the reference plane of the measurement at the input of the SMA connector. Ethanol-water samples are then added to the microwell using a micropipette. Each measurement step is followed by filling and emptying the microwell with deionized water to wash, and then clean tissue paper is used to completely remove the deionized water, in order to ensure fair comparison with a reset of the exact initial/reference resonance at  $S_{11}$  before loading each sample.

## V. TEST RESULTS AND DISCUSSION

### A. Test Results

This section presents the results of experimental measurements for validation of the proposed sensing principle. After assembling the sensor device, preparing the samples and setting up the test, validation was performed in two essential steps. In the first step, measurement was carried out without a sample (i.e., the microwell was left empty). The results are presented in Fig. 8, which shows sensor resonance for numerical simulation and measurement at around 3.976 GHz and 3.980 GHz, respectively, and  $S_{11}$  peak attenuation of about  $-19.95$  dB and  $-19.31$  dB, respectively. The numerical simulation and measurement are in good agreement, this minor difference may be due to manufacturing tolerances and soldering of the SMA connector.

The second step of validation was to take measurements when the microwell had been filled with different prepared volume fraction of ethanol-water mixtures. Table I list the reference values of the complex permittivity ( $\epsilon_r = \epsilon'_r - j\epsilon''_r$ )

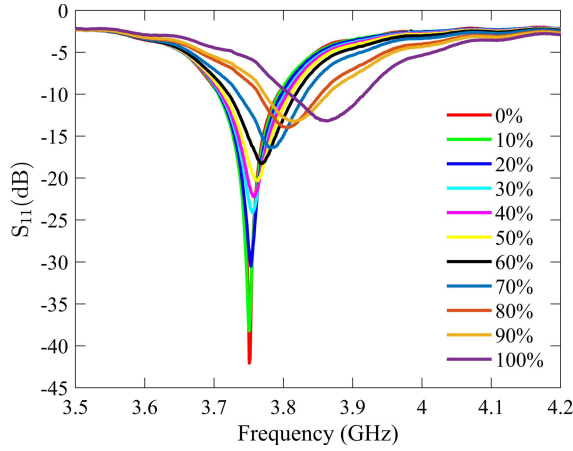


Fig. 9.  $S_{11}$  measured for different volume fractions of ethanol in water.

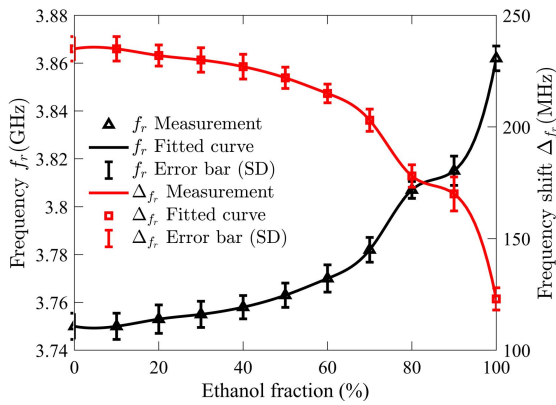


Fig. 10. The measurement. The fitted curve, and the SD error bar of: (left y-axis) resonance frequency as a function of the volume fractions of ethanol; (right y-axis) shift frequency as a function of the volume fractions of ethanol.

of the ethanol-water mixtures measured by *Bao et al.* [44] at 3.98 GHz using a coaxial probe.

Fig. 9 illustrates how the resonance frequency and attenuation of  $S_{11}$  change when the volume fraction of ethanol varies by 10%. This is explained by the fact that the dielectric characteristic of the LUT influences the frequency response of the sensor, as confirmed by the perturbation theory illustrated in (4). The frequency range from 0% to 100% ethanol volume fraction was 112 MHz, and the shift from the empty microwell to water was about 235 MHz. It is also apparent that the bandwidth increases as the ethanol volume fraction increases due to the higher dielectric loss. In fact, the dielectric loss of 100% ethanol (pure ethanol) is higher than that of 0% ethanol (deionized water) [44]. Therefore, the dielectric loss increases with the volume fraction of ethanol. Although this measurement was repeated five times, the performance at the resonant frequency did not change and the detection limit was not degraded.

Fig. 10 shows the variation of the resonance frequency  $f_r$  (left y-axis), and the peak attenuation ( $|S_{11}|_{\max}$ ) (right y-axis) as a function of ethanol volume fraction. As can be seen in Fig. 10, the variations show a proportional trend relative to the concentration of ethanol in the mixture. Indeed, The

resonance frequency increases with increasing ethanol volume fraction, which consequently reduces the peak attenuation. The observed nonlinearity in the peak attenuation and resonance frequency as a function of ethanol volume fraction follows the nonlinear loss function of the ethanol-water mixtures [44], and the marked relative variation of the resonance frequency when the ethanol volume fraction reaches 70% is due to the variation of the complex permittivity of the ethanol-water mixtures as can be seen in Table I [44]. The standard deviation (SD) is calculated from the data of five measurements for the resonance frequency and the peak attenuation. The maximum SD on the error bar curve for the resonance frequency is 0.0059 GHz appearing at the volume fraction of 20%, and for the peak attenuation it is 1.5 dB, appearing at the volume fraction of 0% (deionized water). The numerical variability between the five test results is smaller, which means that the test error of the mixture concentration is smaller and therefore that the proposed microfluidic sensor has good test repeatability. The difference in shift frequency level between consecutive measurements is sufficient for small volume fractions of ethanol. This proves the high selectivity potential of the proposed sensor for the detection and characterization of ethanol in water solutions under the following conditions in various industrial applications such as food packaging, biomedical instrumentation, and biofuels.

### B. Liquid Complex Permittivity Retrieval

As reported in [45], the complex permittivity of the LUT samples, the resonance frequency and the peak attenuation are related to nonlinear functions. For simplicity, a set of linear functions is used to approximate the relationship between these three parameters, as follows:

$$\begin{bmatrix} \Delta f_r \\ \Delta |S_{11}| \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -0.0007 & -0.0050 \\ -0.4698 & -0.0201 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta \epsilon'_{\text{sam}} \\ \Delta \epsilon''_{\text{sam}} \end{bmatrix} \quad (6)$$

In (6),  $\Delta \epsilon'_{\text{sam}} = \epsilon'_{\text{sam}} - \epsilon'_{\text{ref}}$  and  $\Delta \epsilon''_{\text{sam}} = \epsilon''_{\text{sam}} - \epsilon''_{\text{ref}}$ , the subscript “sam” refers to the sample when the LUT sample is injected into the microwell. While “ref” represents the reference LUT sample. Here, the mixture with an ethanol volume fraction of 50% is considered as the reference. The mathematical predictive model to retrieve the complex permittivity of the unknown LUT sample is deduced by inverting the matrix in (6):

$$\begin{bmatrix} \Delta \epsilon'_{\text{sam}} \\ \Delta \epsilon''_{\text{sam}} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 8.6740 & 2.1412 \\ -202.9240 & -0.2929 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta f_r \\ \Delta |S_{11}| \end{bmatrix} \quad (7)$$

A comparison between the complex permittivity values measured by the predictive model and the actual values extracted from [44] is shown in Fig. 11. There is a good agreement between the complex permittivity measured by the proposed sensor and the actual values from the literature. The maximum uncertainty in the measurement of real part of the complex permittivity occurs with pure ethanol, where the real permittivity measured by the predictive model is 5.30 compared to the actual value of 5.52. This result is equivalent to a measurement error of 4.26%. On the other hand, the maximum uncertainty in the measurement of the imaginary part of the complex permittivity is found for an ethanol volume



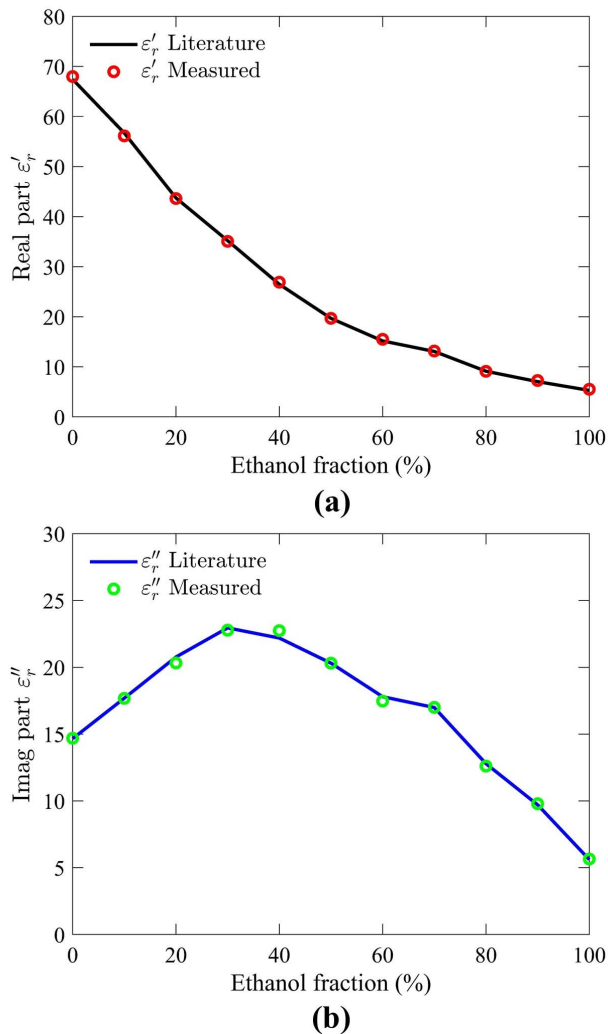


Fig. 11. Comparison between the extracted and actual values of the (a) real part and (b) imaginary part of the complex permittivity as a function of the volume fractions of ethanol.

fraction of 40%, where the imaginary permittivity measured by the predictive model is 22.19 while the actual value is 22.74. This corresponds to a measurement error of 2.48%. The small disagreements between the measured and actual values of the complex permittivity may possibly arise from the measurement inaccuracies or from the simplified linear approximation of the sensing model. The results obtained demonstrate the accuracy of the model presented in (7). This model can also be developed using the resonance peak and the quality factor. It is also possible to test the proposed sensor with other sets of LUT samples covering a wider range of complex permittivity values to produce a more accurate detection model.

### C. Comparison

A comparison of the proposed SIW sensor with previous microfluidic designs used for liquid detection and characterization is provided in Table II. The proposed sensor uses for the first time a fully 3D-printed SIW design to detect and characterize ethanol-water mixtures. The sensor sensitivity ( $S$ ) is

TABLE II  
COMPARISON OF THE PROPOSED SENSOR WITH PREVIOUS DESIGNS

Ref.	Res. Type	$f_{empty}$ (GHz)	$S_{avg}$ (%)	Fabrication technology	Fabrication complexity
[47]	BMSRR	2.27	0.071	PCB	Moderate
[48]	SRR	0.97	0.088	PCB	Complex
[49]	SRR	5.80	0.178	PCB	Complex
[46]	SRR	2.60	0.270	PCB	Moderate
T.W	SIW	3.98	0.345	Fully 3D printed	Very easy

defined [45] as:

$$S(\%) = \frac{f_{empty} - f_{\epsilon_r}}{f_{empty} (\epsilon_r - \epsilon_{empty})} \times 100 \quad (8)$$

where  $f_{empty}$  and  $f_{\epsilon_r}$  are resonance frequencies related to permittivity of empty sensor  $\epsilon_{empty}$ , and permittivity of the loaded ethanol-water sample  $\epsilon_r$ , respectively.

The average  $S_{avg}$  sensitivity is obtained by calculating the sensitivities for the ethanol-water mixture with different ethanol volume fractions. It is evident that the proposed sensor has comparable performance to that of previous designs. It should be noted that the other sensors were fabricated on a low-loss substrate, while the proposed sensor was fully fabricated by 3D printing.

The new design and manufacturing approach in this work presents several advantages compared to conventional manufacturing technologies such as printed circuit board (PCB) technology. First, additive manufacturing technology (AMT) has proven to be very useful for rapid and low-cost prototyping of microfluidic sensors. Second, using this AMT, sensors and sample containers can be manufactured using only two materials—CI and DI—therefore avoiding materials such as PDMS (polydimethylsiloxane) [45], glass [10], and PTFE (polytetrafluoroethylene) [46] which are used in PCB technology to produce sample containers. Thirdly, with AMT, sample containers can be built easily, avoiding the very complex manufacturing processes used in PCB technology, which typically require drilling into the substrate to create a space to attach sample containers. The proposed manufacturing process uses a DragonFly LDM™ printer to print the SIW devices, which are relatively inexpensive compared to those produced with conventional 3D printing technologies. Furthermore, most SIW printing technologies are principally based on 3D printing of substrates while the metallization is done manually [33], which is normally a very complicated and expensive process. Problems such as manufacturing complexity and high overall development cost are eliminated by the proposed design, which combines 3D printing technology with the simultaneous use of CI and DI inks to print the substrate, metallize the upper and lower metal plates of the structure, and build vias through the substrate.

The proposed 3D printing technology eliminates the need to create molds for each design, and also eliminates the need for a sintering process or chemical treatment after printing is completed, making it ideal for complex structures, such as our microfluidic sensor design. Additive manufacturing allows structures to be produced by stacking materials without

generating large amounts of waste or by-products. Compared to traditional subtractive manufacturing, there is no obvious waste, which can significantly reduce material costs. Finally, additive manufacturing processes are generally more environmentally friendly than traditional subtractive methods because they do not involve harmful chemicals. Traditional manufacturing technologies typically involve at least one etching step, which produces toxic and poisonous solutions containing copper and iron.

This paper has proven the concept of new approach using a manufacturing technology in sensing applications to detect and retrieve the complex permittivity of ethanol-water mixtures using microwave signals. The proposed sensor can be applied in various fields. The measurement of glucose and lactate concentrations in blood based on the interactions of EM fields with biological tissues is one of its potential applications in the medical, health and sports industries [11], [12]. The proposed sensor could perhaps be used to detect glucose or lactate in biological tissues such as tears, saliva or sputum.

## VI. CONCLUSION

This paper proposes an EM microfluidic SIW sensor that can be fully 3D-printed with high print quality using only two materials, a dielectric UV-curable acrylate ink for the substrate and the microwell, and a nanoparticulate silver ink for the conductive upper and lower metal plates of the structure and the metal vias. The proposed microfluidic sensor is based on an SIW cavity in  $TE_{101}$  mode with a cylindrical microwell built in the center of the cavity for LUT perturbation. Changes in dielectric permittivity inside the microwell due to variation of ethanol volume fraction shift the resonance frequency and the peak attenuation. Which are used to determine detection and characterization principle. The experimental results showed good agreement with the simulation and literature results. And demonstrated the capability of the 3D-printed SIW sensor to detect and retrieve the complex permittivity of LUT. The proposed sensor showed a good sensitivity, with a stable frequency change over five measurement repetitions. The additive manufacturing technology used to build the proposed sensor is environmentally friendly and can be implemented quickly at a relatively low cost.

## ACKNOWLEDGMENT

The authors acknowledge the staff of Tagnon Missihoun's laboratory for their beneficial and professional assistance. We would also like to thank the journal's reviewers and staff for their valuable comments, which improved the quality of this article.

## REFERENCES

- [1] Z. Chen, Y. Zhang, Y. Yang, X. Shi, L. Zhang, and G. Jia, "Hierarchical nitrogen-doped holey graphene as sensitive electrochemical sensor for methyl parathion detection," *Sens. Actuators B, Chem.*, vol. 336, Jun. 2021, Art. no. 129721, doi: [10.1016/j.snb.2021.129721](https://doi.org/10.1016/j.snb.2021.129721).
- [2] H. Zhao *et al.*, "Continuous optical sorting of nanoscale biomolecules in integrated microfluidic-nanophotonic chips," *Sens. Actuators B, Chem.*, vol. 331, Mar. 2021, Art. no. 129428, doi: [10.1016/j.snb.2020.129428](https://doi.org/10.1016/j.snb.2020.129428).
- [3] Y. Wang *et al.*, "Water pollutants p-cresol detection based on Au-ZnO nanoparticles modified tapered optical fiber," *IEEE Trans. Nanobiosci.*, vol. 20, no. 3, pp. 377–384, Jul. 2021, doi: [10.1109/TNB.2021.3082856](https://doi.org/10.1109/TNB.2021.3082856).
- [4] C. Leitão *et al.*, "Cortisol AuPd plasmonic unclad POF biosensor," *Biotechnol. Rep.*, vol. 29, Mar. 2021, Art. no. e00587, doi: [10.1016/j.btre.2021.e00587](https://doi.org/10.1016/j.btre.2021.e00587).
- [5] M. Lobry *et al.*, "Multimodal plasmonic optical fiber grating aptasensor," *Opt. Exp.*, vol. 28, no. 5, pp. 7539–7551, 2020, doi: [10.1364/OE.385747](https://doi.org/10.1364/OE.385747).
- [6] M. Li, R. Singh, M. S. Soares, C. Marques, B. Zhang, and S. Kumar, "Convex fiber-tapered seven core fiber-convex fiber (CTC) structure-based biosensor for creatinine detection in aquaculture," *Opt. Exp.*, vol. 30, no. 8, pp. 13898–13914, Apr. 2022, doi: [10.1364/OE.457958](https://doi.org/10.1364/OE.457958).
- [7] A. Ebrahimi, F. J. Tovar-Lopez, J. Scott, and K. Ghorbani, "Differential microwave sensor for characterization of glycerol-water solutions," *Sens. Actuators B, Chem.*, vol. 321, Oct. 2020, Art. no. 128561, doi: [10.1016/j.snb.2020.128561](https://doi.org/10.1016/j.snb.2020.128561).
- [8] E. Silavwe, N. Somjit, and I. D. Robertson, "A microfluidic-integrated SIW lab-on-substrate sensor for microliter liquid characterization," *IEEE Sensors J.*, vol. 16, no. 21, pp. 7628–7635, Nov. 2016, doi: [10.1109/JSEN.2016.2599099](https://doi.org/10.1109/JSEN.2016.2599099).
- [9] O. Krivosudský, D. Havelka, D. E. Chafai, and M. Cifra, "Microfluidic on-chip microwave sensing of the self-assembly state of tubulin," *Sens. Actuators B, Chem.*, vol. 328, Feb. 2021, Art. no. 129068, doi: [10.1016/j.snb.2020.129068](https://doi.org/10.1016/j.snb.2020.129068).
- [10] E. L. Chuma, Y. Iano, G. Fontgalland, and L. L. B. Roger, "Microwave sensor for liquid dielectric characterization based on metamaterial complementary split ring resonator," *IEEE Sensors J.*, vol. 18, no. 24, pp. 9978–9983, Dec. 2018, doi: [10.1109/JSEN.2018.2872859](https://doi.org/10.1109/JSEN.2018.2872859).
- [11] V. S. Chaudhary, D. Kumar, G. P. Mishra, S. Sharma, and S. Kumar, "Plasmonic biosensor with gold and titanium dioxide immobilized on photonic crystal fiber for blood composition detection," *IEEE Sensors J.*, early access, Mar. 17, 2022, doi: [10.1109/JSEN.2022.3160482](https://doi.org/10.1109/JSEN.2022.3160482).
- [12] V. S. Chaudhary, D. Kumar, and S. Kumar, "Gold-immobilized photonic crystal fiber-based SPR biosensor for detection of malaria disease in human body," *IEEE Sensors J.*, vol. 21, no. 16, pp. 17800–17807, Aug. 2021, doi: [10.1109/JSEN.2021.3085829](https://doi.org/10.1109/JSEN.2021.3085829).
- [13] T. Chretiennot, D. Dubuc, and K. Grenier, "A microwave and microfluidic planar resonator for efficient and accurate complex permittivity characterization of aqueous solutions," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 61, no. 2, pp. 972–978, Feb. 2013, doi: [10.1109/TMTT.2012.2231877](https://doi.org/10.1109/TMTT.2012.2231877).
- [14] X. Bao *et al.*, "Broadband dielectric spectroscopy of cell cultures," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 66, no. 12, pp. 5750–5759, Dec. 2018, doi: [10.1109/TMTT.2018.2873395](https://doi.org/10.1109/TMTT.2018.2873395).
- [15] D. J. Rowe, S. Al-Malki, A. A. Abduljabar, A. Porch, D. A. Barrow, and C. J. Allender, "Improved split-ring resonator for microfluidic sensing," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 62, no. 3, pp. 689–699, Mar. 2014, doi: [10.1109/TMTT.2014.2299514](https://doi.org/10.1109/TMTT.2014.2299514).
- [16] A. Ebrahimi, W. Withayachumnankul, S. Al-Sarawi, and D. Abbott, "High-sensitivity metamaterial-inspired sensor for microfluidic dielectric characterization," *IEEE Sensors J.*, vol. 14, no. 5, pp. 1345–1351, May 2014, doi: [10.1109/JSEN.2013.2295312](https://doi.org/10.1109/JSEN.2013.2295312).
- [17] V. S. Chaudhary, D. Kumar, and S. Kumar, "SPR-assisted photonic crystal fiber-based dual-wavelength single polarizing filter with improved performance," *IEEE Trans. Plasma Sci.*, vol. 49, no. 12, pp. 3803–3810, Dec. 2021, doi: [10.1109/TPS.2021.3126671](https://doi.org/10.1109/TPS.2021.3126671).
- [18] E. Massoni, G. Siciliano, M. Bozzi, and L. Perregrini, "Enhanced cavity sensor in SIW technology for material characterization," *IEEE Microw. Wireless Compon. Lett.*, vol. 28, no. 10, pp. 948–950, Oct. 2018, doi: [10.1109/LMWC.2018.2864876](https://doi.org/10.1109/LMWC.2018.2864876).
- [19] Y. Chen, J. Huang, Y. Xiang, L. Fu, W. Gu, and Y. Wu, "A modified SIW re-entrant microfluidic microwave sensor for characterizing complex permittivity of liquids," *IEEE Sensors J.*, vol. 21, no. 13, pp. 14838–14846, Jul. 2021, doi: [10.1109/JSEN.2021.3074169](https://doi.org/10.1109/JSEN.2021.3074169).
- [20] C. Liu and F. Tong, "An SIW resonator sensor for liquid permittivity measurements at C band," *IEEE Microw. Wireless Compon. Lett.*, vol. 25, no. 11, pp. 751–753, Nov. 2015, doi: [10.1109/LMWC.2015.2479851](https://doi.org/10.1109/LMWC.2015.2479851).
- [21] M. Ndoye, I. Kerroum, D. Deslandes, and F. Domingue, "Air-filled substrate integrated cavity resonator for humidity sensing," *Sens. Actuators B, Chem.*, vol. 252, pp. 951–955, Nov. 2017, doi: [10.1016/j.snb.2017.06.101](https://doi.org/10.1016/j.snb.2017.06.101).
- [22] H. Kou, Q. Tan, L. Zhang, H. Dong, J. Xiong, and W. Zhang, "Highly sensitive air-filled substrate integrated waveguide resonator integrated wireless passive slot-antenna for confined environmental detection," *IEEE Sensors J.*, vol. 19, no. 21, pp. 10027–10033, Nov. 2019, doi: [10.1109/JSEN.2019.2921148](https://doi.org/10.1109/JSEN.2019.2921148).
- [23] A. A. M. Bahar, Z. Zakaria, M. K. M. Arshad, A. A. M. Isa, Y. Darilyn, and R. A. Alahnomi, "Real time microwave biochemical sensor based on circular SIW approach for aqueous dielectric detection," *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, p. 5467, Dec. 2019, doi: [10.1038/s41598-019-41702-3](https://doi.org/10.1038/s41598-019-41702-3).

- [24] H. Y. Gan, W. S. Zhao, Q. Liu, D. W. Wang, L. X. Dong, and G. F. Wang, "Differential microwave microfluidic sensor based on microstrip complementary split-ring resonator (MCSR) structure," *IEEE Sensors J.*, vol. 20, no. 11, pp. 5876–5884, Jun. 2020, doi: [10.1109/JSEN.2020.2973196](https://doi.org/10.1109/JSEN.2020.2973196).
- [25] Y. Alvarez-Braña, J. Etxebarria-Elezgarai, L. Ruiz de Larrinaga-Vicente, F. Benito-Lopez, and L. Basabe-Desmonts, "Modular micropumps fabricated by 3D printed technologies for polymeric microfluidic device applications," *Sens. Actuators B, Chem.*, vol. 342, Sep. 2021, Art. no. 129991, doi: [10.1016/j.snb.2021.129991](https://doi.org/10.1016/j.snb.2021.129991).
- [26] E. MacDonald *et al.*, "3D printing for the rapid prototyping of structural electronics," *IEEE Access*, vol. 2, pp. 234–242, 2014, doi: [10.1109/ACCESS.2014.2311810](https://doi.org/10.1109/ACCESS.2014.2311810).
- [27] R. Bahr, B. Tehrani, and M. M. Tentzeris, "Exploring 3-D printing for new applications: Novel inkjet- and 3-D-printed millimeter-wave components, interconnects, and systems," *IEEE Microw. Mag.*, vol. 19, no. 1, pp. 57–66, Jan. 2018, doi: [10.1109/MMM.2017.2759541](https://doi.org/10.1109/MMM.2017.2759541).
- [28] S. Q. Tang, K. H. H. Li, S. J. Lee, J. J. Zeng, and S. H. Ng, "Novel multi-way microvalve with ease of fabrication and integration for microfluidics application," *Sens. Actuators B, Chem.*, vol. 286, pp. 289–300, May 2019, doi: [10.1016/j.snb.2018.10.118](https://doi.org/10.1016/j.snb.2018.10.118).
- [29] A. S. Nauroze *et al.*, "Additively manufactured RF components and modules: Toward empowering the birth of cost-efficient dense and ubiquitous IoT implementations," *Proc. IEEE*, vol. 105, no. 4, pp. 702–722, Apr. 2017, doi: [10.1109/JPROC.2017.2658565](https://doi.org/10.1109/JPROC.2017.2658565).
- [30] Z. Xu *et al.*, "A conducting polymer PEDOT:PSS hydrogel based wearable sensor for accurate uric acid detection in human sweat," *Sens. Actuators B, Chem.*, vol. 348, Dec. 2021, Art. no. 130674, doi: [10.1016/j.snb.2021.130674](https://doi.org/10.1016/j.snb.2021.130674).
- [31] J.-H. Suh *et al.*, "Fully integrated and portable semiconductor-type multi-gas sensing module for IoT applications," *Sens. Actuators B, Chem.*, vol. 265, pp. 660–667, Jul. 2018, doi: [10.1016/j.snb.2018.03.099](https://doi.org/10.1016/j.snb.2018.03.099).
- [32] Y. Kim, Y. Cui, M. M. Tentzeris, and S. Lim, "Additively manufactured electromagnetic based planar pressure sensor using substrate integrated waveguide technology," *Additive Manuf.*, vol. 34, Aug. 2020, Art. no. 101225, doi: [10.1016/j.addma.2020.101225](https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101225).
- [33] G. M. Rocco, M. Bozzi, S. Marconi, G. Alaimo, F. Auricchio, and D. Schreurs, "3D-printed microfluidic sensor in substrate integrated waveguide technology," in *IEEE MTT-S Int. Microw. Symp. Dig.*, Jul. 2018, pp. 1–3, doi: [10.1109/IMWS-AMP.2018.8457168](https://doi.org/10.1109/IMWS-AMP.2018.8457168).
- [34] S. Moscato *et al.*, "Exploiting 3D printed substrate for microfluidic SIW sensor," in *Proc. Eur. Microw. Conf. (EuMC)*, Sep. 2015, pp. 28–31, doi: [10.1109/EuMC.2015.7345691](https://doi.org/10.1109/EuMC.2015.7345691).
- [35] M. Bozzi, C. Tomassoni, L. Perreggini, R. Bahr, and M. Tentzeris, "Additive manufacturing of substrate integrated waveguide components," in *IEEE MTT-S Int. Microw. Symp. Dig.*, Jul. 2016, pp. 1–4, doi: [10.1109/IMWS-AMP.2016.7588329](https://doi.org/10.1109/IMWS-AMP.2016.7588329).
- [36] G. Savvides *et al.*, "3D rapid-prototyped 21–31-GHz hollow SIWs for low-cost 5G IoT and robotic applications," *IEEE Access*, vol. 9, pp. 11750–11760, 2021, doi: [10.1109/ACCESS.2021.3051180](https://doi.org/10.1109/ACCESS.2021.3051180).
- [37] Y. Kim, M. Tentzeris, and S. Lim, "Low-loss and light substrate integrated waveguide using 3D printed honeycomb structure," *Materials*, vol. 12, no. 3, p. 402, Jan. 2019. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1996-1944/12/3/402>.
- [38] K. Y. Kapusuz, S. Lemey, P. Demeester, and H. Rogier, "Additive-manufacturing-enabled air-filled substrate integrated waveguide microwave components," in *Proc. IEEE Int. Symp. Antennas Propag. USNC/URSI Nat. Radio Sci. Meeting*, Jul. 2018, pp. 939–940, doi: [10.1109/APUSNCURSINRSM.2018.8608877](https://doi.org/10.1109/APUSNCURSINRSM.2018.8608877).
- [39] N. Duangrit, B. Hong, A. D. Burnett, P. Akkarakethalin, I. D. Robertson, and N. Somjit, "Terahertz dielectric property characterization of photopolymers for additive manufacturing," *IEEE Access*, vol. 7, pp. 12339–12347, 2019, doi: [10.1109/ACCESS.2019.2893196](https://doi.org/10.1109/ACCESS.2019.2893196).
- [40] N. Dimension. (2022). *DragonFly LMD*. [Online]. Available: <https://www.nano-di.com/ame-dragonfly-ldm>
- [41] Y. Cassivi, L. Perreggini, P. Arcioni, M. Bressan, K. Wu, and G. Conciauro, "Dispersion characteristics of substrate integrated rectangular waveguide," *IEEE Microw. Wireless Compon. Lett.*, vol. 12, no. 9, pp. 333–335, Sep. 2002, doi: [10.1109/LMWC.2002.803188](https://doi.org/10.1109/LMWC.2002.803188).
- [42] L. F. Chen, C. K. Ong, C. P. Neo, V. V. Varadan, and V. K. Varadan, "Microwave Electronics: Measurement and Materials Characterization. Hoboken, NJ, USA: Wiley, 2004, doi: [10.1002/0470020466](https://doi.org/10.1002/0470020466).
- [43] D. M. Pozar, *Microwave Engineering*, 4th ed. Hoboken, NJ, USA: Wiley, 2012.
- [44] J.-Z. Bao, M. L. Swicord, and C. C. Davis, "Microwave dielectric characterization of binary mixtures of water, methanol, and ethanol," *J. Chem. Phys.*, vol. 104, no. 12, pp. 4441–4450, 1996, doi: [10.1063/1.471197](https://doi.org/10.1063/1.471197).
- [45] A. Ebrahimi, J. Scott, and K. Ghorbani, "Ultrahigh-sensitivity microwave sensor for microfluidic complex permittivity measurement," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 67, no. 10, pp. 4269–4277, Oct. 2019, doi: [10.1109/TMTT.2019.2932737](https://doi.org/10.1109/TMTT.2019.2932737).
- [46] M. Abdolrazzagli, M. Daneshmand, and A. K. Iyer, "Strongly enhanced sensitivity in planar microwave sensors based on metamaterial coupling," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 66, no. 4, pp. 1843–1855, Apr. 2018, doi: [10.1109/TMTT.2018.2791942](https://doi.org/10.1109/TMTT.2018.2791942).
- [47] A. A. M. Bahar, Z. Zakaria, S. R. A. Rashid, A. A. M. Isa, and R. A. Alahnomi, "High-efficiency microwave planar resonator sensor based on bridge split ring topology," *IEEE Microw. Wireless Compon. Lett.*, vol. 27, no. 6, pp. 545–547, Jun. 2017, doi: [10.1109/LMWC.2017.2701338](https://doi.org/10.1109/LMWC.2017.2701338).
- [48] P. Vélez, L. Su, K. Grenier, J. Mata-Contreras, D. Dubuc, and F. Martín, "Microwave microfluidic sensor based on a microstrip splitter/combiner configuration and split ring resonators (SRRs) for dielectric characterization of liquids," *IEEE Sensors J.*, vol. 17, no. 20, pp. 6589–6598, Oct. 2017, doi: [10.1109/JSEN.2017.2747764](https://doi.org/10.1109/JSEN.2017.2747764).
- [49] B. D. Wiltshire and M. H. Zarifi, "3-D printing microfluidic channels with embedded planar microwave resonators for RFID and liquid detection," *IEEE Microw. Wireless Compon. Lett.*, vol. 29, no. 1, pp. 65–67, Jan. 2019, doi: [10.1109/LMWC.2018.2883715](https://doi.org/10.1109/LMWC.2018.2883715).



**Abdelhak Hamid Allah** received the B.Sc. degree in electronic electrotechnic automatic and the M.Sc. degree in automatic signal processing and industrial computing from Hassan 1st University, Morocco, in 2015 and 2017, respectively. He is currently pursuing the Ph.D. degree in electrical engineering with Université du Québec à Trois-Rivières, QC, Canada. In 2017, he was a Research Assistant at the Mécanique Informatique Electronique Telecommunications (MIET) Group, Faculty of Science and Technology, Settat, Morocco. He is a Laboratory and a Teaching Assistant with the Department of Electrical and Computer Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières. His current research interest includes microwave components for sensing.



**Guy Ayissi Eyebe** received the M.Eng. degree in electrical engineering from École de Technologie Supérieure de Montréal, Canada, in 2012, and the Ph.D. degree from Université du Québec à Trois-Rivières, Canada, in 2018. He did his Postdoctorate internship from Université du Québec à Trois-Rivières. He was at the Telecoms Laboratory. He is an Associate Professor with Université du Québec à Trois-Rivières, a Professor with Université de Yaoundé I, Cameroon, and a Lecturer with these two universities and with École de Technologie Supérieure de Montréal. His research interests include printed electronics (smart materials, microwave sensing approaches, and printing techniques), sportive performance assessment, and energy harvesting. His industrial experience covers electronics design, RF design and EMI/EMC for HVAC, telecoms, and aerospace applications.



**Frédéric Domingue** received the B.Eng. and Ph.D. degrees in electrical engineering from Ecole de Technologie Supérieure, Canada, in 2004 and 2008, respectively. In 2009, he was a Postdoctoral Fellow at the Department for Heterogeneous Integration on Silicon, CEA-LETI, France. He is currently a Professor with the Electrical and Computer Engineering Department, Université du Québec à Trois-Rivières, Canada. He was a recipient of the Postgraduate Scholarships from the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) from 2004 to 2008 and several distinctions and scholarships from the Quebec Government. He is the Canada Research Chair of Radio Frequency Technologies for Gas Detection.

# **Annexe B – Fully 3D-printed Microfluidic Substrate Integrated Waveguide based Sensor for in Vitro Diagnostics of Diabetes**

Abdelhak Hamid Allah<sup>1</sup>, Guy Ayissi Eyebe<sup>1</sup>, and Frédéric Domingue<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Electrical and Computer Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières, Trois-Rivières, QC G9A 5H7, Canada

Article publié en septembre 2023 dans : **2023 53rd European Microwave Conference**

DOI: **10.23919/EuMC58039.2023.10290694**

# Fully 3D-printed Microfluidic Substrate Integrated Waveguide based Sensor for in Vitro Diagnostics of Diabetes

Abdelhak Hamid Allah, Guy Ayissi Eyebe, Frédéric Domingue

Department of Electrical and Computer Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières, Canada

{abdelhak.hamid.allah, guy.ayissi.eyebe, frederic.domingue}@uqtr.ca

**Abstract** — This paper proposes a 3D-printed microwave sensor formed by a circular dielectric sample container embedded in a rectangular substrate-integrated waveguide (SIW) resonant cavity. The sensor element operating at 3.980 GHz is fabricated entirely by 3D printing using a novel additive manufacturing electronic (AME) technique that allows the entire sensor to be fabricated in a one-step process. The proposed sensor is a near-field probe to monitor glucose levels in aqueous solutions mimicking Type-2 diabetes. The sensor exhibits excellent sensitivity by tracking the change in amplitude of the reflection response ( $S_{11}$ ) for the glucose sample tested (10-200 mg/dL), exceeding other studies. The ability of the 3D-printed sensor to detect changes in glucose concentration, sensitivity, and repeatability is demonstrated by in-laboratory measurements using a vector network analyzer (VNA).

**Keywords** — SIW sensor, 3D printing, non-invasive, glucose sensing.

## I. INTRODUCTION

In recent years, Type-2 diabetes has increased significantly worldwide, primarily responsible for the rise in people with diabetes. The World Health Organization (WHO) estimates that people with diabetes will exceed 451 million worldwide by 2045 [1]. Due to their high accuracy, finger prick strips have been the primary technique for measuring blood glucose. These strips employ chemical mediators to detect glucose in the blood selectively. However, their usage is limited as each sample can only be measured once. Furthermore, commercially available glucose test strips are not reusable, resulting in a significant initial investment [2].

The recent literature has presented various non-invasive techniques (electrochemical, optical, and microwave) to replace invasive devices. Many microwave detection techniques have been used for dielectric characterization [3-5]. However, resonance-based techniques have been gaining importance in sensing applications, especially for applications requiring high accuracy and sensitivity. These techniques use microwave resonators, including conventional transmission lines, circular/ring waveguides, and SIW [3, 6]. SIW-based microwave sensors hold great promise due to their low cost, miniaturized size, low health risks, and ability to penetrate

electromagnetic (EM) waves into biological tissue. These privileges offer excellent potential to realize a non-invasive sensor for real-time glucose monitoring by correlating the measured EM dielectric properties of the tested glucose sample.

3D printing techniques are progressively used for microwave sensor prototyping [3], enabling the rapid prototyping of complex-shaped and high-resolution custom sensors at low cost and low volume. Despite the technological advancement of 3D-printed SIW-based sensors, the ease of fabrication and metallization of these sensors are significant challenges for 3D-printed microwave systems.

In this work, we propose the first fully 3D-printed SIW-based sensor for glucose monitoring in aqueous solutions, which consists of a rectangular SIW cavity with a fully embedded dielectric circular sample container in the cavity used to hold the liquid under test (LUT). The sensor is fabricated using an innovative technique that combines dielectric/conductive printing and can simultaneously print the dielectric substrate, the sample container, and the metallization of the sensor structure. The ability of the fabricated sensor to detect changes in glucose concentration, as well as its sensitivity and repeatability, is being demonstrated through laboratory measurements using a VNA.

## II. THE PROPOSED MICROWAVE BIOSENSOR DESIGN AND FABRICATION

### A. Sensor design

Fig. 1 presents a 3D view of the SIW-based sensor, designed and simulated using ANSYS HFSS. The sensor operates at the fundamental mode  $TE_{101}$ . The resonant frequency of this sensor can be determined using the following equation:

$$f_r(TE_{m0n}) = \frac{c}{2\sqrt{\epsilon_r}} \sqrt{\left(\frac{m}{W_{eff}}\right)^2 + \left(\frac{n}{L_{eff}}\right)^2} \quad (1)$$

$$L_{eff} = L - \frac{D^2}{0.95b}, W_{eff} = W - \frac{D^2}{0.95b} \quad (2)$$

Where  $m$  and  $n$  are the operation mode indices,  $c$  represents the speed of light,  $\epsilon_r$  is the dielectric constant of the substrate, and  $L_{eff}$  and  $W_{eff}$  are the effective length and width, respectively. The first fundamental mode  $TE_{101}$  of the resonator is determined when  $m=n=1$  and within the critical design parameters  $D < \lambda_{gs}$ ,  $P < 2D$ . The length and the width are chosen equal to avoid higher-order modes.

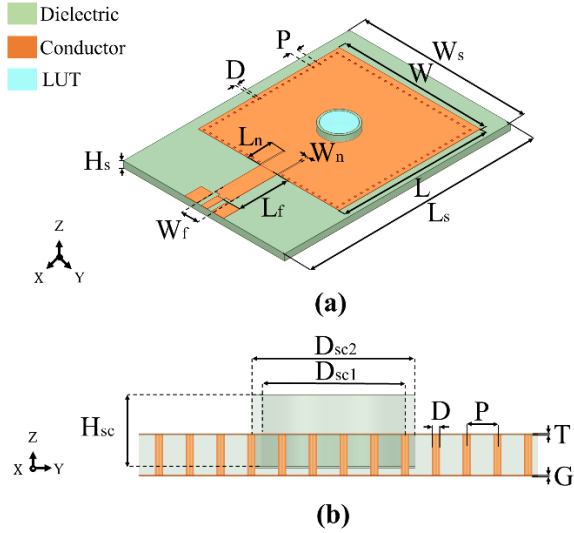


Fig. 1. 3D view and (b) cross-sectional view of SIW-based sensor, the structure dimensions in [mm] are:  $L_s = 56$ ,  $W_s = 40$ ,  $H_s = 1.5$ ,  $L = 35$ ,  $W = 35$ ,  $P = 1.5$ ,  $D = 0.4$ ,  $L_f = 12$ ,  $W_f = 4.03$ ,  $L_n = 6$ ,  $W_n = 0.4$ ,  $D_{sc1} = 7$ ,  $D_{sc2} = 8$ ,  $H_{sc} = 2.64$ ,  $T = G = 0.03$ .

Fig. 2a illustrates the distribution of the total E-field at resonance within the SIW cavity. The color bar indicates that the center region is identified as the optimal sensing area for embedding the sample container. This strategic selection ensures an enhanced detection performance.

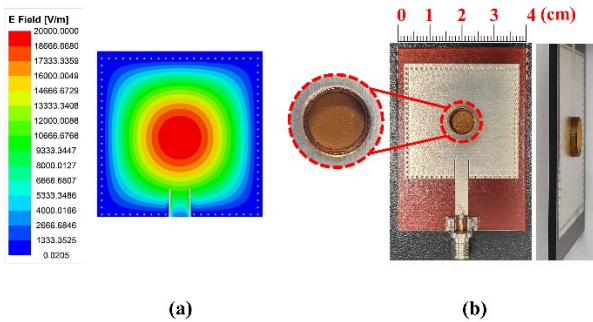


Fig. 2. (a) total E-field distribution inside the SIW cavity at resonance with the color bar chart (b) fabricated prototype of the SIW-based sensor.

### B. Sensor 3D fabrication

Piezoelectric drop-on-demand printing technology is used by Nano Dimension's DragonFly 3D printer (Nano dimension, USA) [3, 7]. This printer can print a complex microwave shape with minimal human interference at a maximum overall size (x, y, z) of  $160 \times 160 \times 3$  mm<sup>3</sup>. Only two ink materials are

used: ultraviolet (UV) curable acrylic dielectric ink with dielectric properties ( $\epsilon_r=2.8$ ,  $\tan\delta=0.011$  at  $f_f=3.980$  GHz) and nanoparticulate silver conductive ink with conductivity ( $11.02 \times 10^6$  S/m). Two print heads inject the two materials simultaneously in a fully additive process. Thus, the metallization of the SIW-based 3D sensor, which is a great challenge, especially in complex structures, was achieved simultaneously with dielectric printing. In the printing process, the conductive and the dielectric ink is sprayed and sintered at a controlled temperature ( $140^\circ\text{C}$  to  $170^\circ\text{C}$ ) by infrared heat and ultraviolet light. The sensor is constructed layer by layer up to the entire structure's thickness. The dielectric and conductive layers are printed with a height design rule resolution of  $0.3 \mu\text{m}$  and  $2.6 \mu\text{m}$ , respectively. The printed prototype of the compact sensor with the mounted  $50 \Omega$  SMA coaxial connector for the measurement proposal is shown in Fig. 2b.

## III. MEASUREMENT AND RESULTS

### A. Test setup and sample preparation

In order to assess the efficacy of the proposed biosensor in detecting glucose levels, an experimental test was conducted using an Agilent N9928A VNA. The test procedure involved sweeping frequencies within the range of 2 to 6 GHz at an ambient temperature of  $25 \pm 1^\circ\text{C}$ , with a resolution of 1001 frequency points. Before the test, the VNA was calibrated using Agilent Cal-kit 85521A and the Short-Open-Load technique to capture the sensor reflection responses ( $S_{11}$ ) accurately. The experiment utilized laboratory-prepared aqueous glucose solutions as LUTs created by mixing D-(+) glucose powder with deionized (DI) water. The purpose of using these solutions was twofold: to simulate the behavior of blood with different glucose concentrations and ensure measurement repeatability. This approximation was deemed valid because water accounts for approximately 50% of total blood volume and contains crucial components like glucose, sodium, calcium, potassium, and chloride, impacting blood's dielectric properties [8]. The solution concentrations spanned from 10 to 200 mg/dL, covering typical glucose levels associated with Type-2 diabetes, namely Hypoglycemia ( $G_{con} < 70$  mg/dL), Normoglycemia ( $70 \text{ mg/dL} \leq G_{con} < 140$  mg/dL), and Hyperglycemia ( $140 \text{ mg/dL} \leq G_{con}$ ) [9]. The overall experimental configuration, including all the necessary components and settings, is visually depicted in Fig. 3.

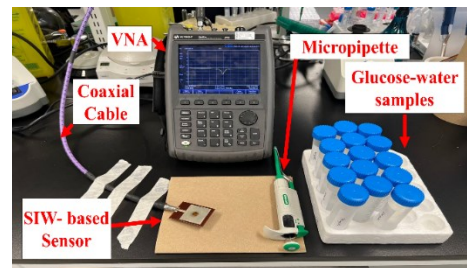


Fig. 3. Test setup for sensor performance measurement and validation.

## B. Measurement results and sensing model

The first measurement step was performed in the unloaded state when the sample container was empty. The SIW-based sensor structure with identical measurement specifications was tested experimentally and numerically. Fig.4 presents the measured and simulated reflection response as a function of frequency. This response was chosen as the reference for all further measurements of the liquid glucose samples. By comparing the simulation and the measurement, the sensor exhibits reflection resonance around  $f_r = 3.980$  GHz with different amplitudes of -19.95 dB and -19.31 dB. This slight difference may be due to manufacturing tolerances and the soldering of the SMA connector.

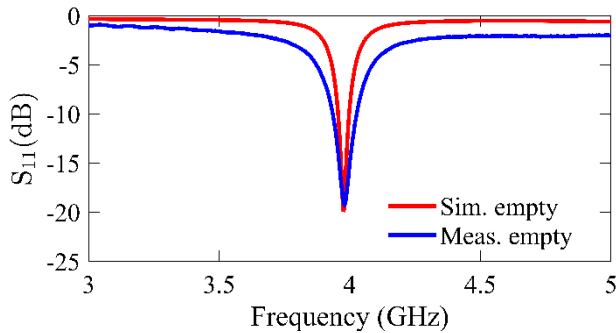


Fig. 4. Simulated and measured reflection response  $S_{11}$  when the sample container is empty.

The second measurement step was performed in the loaded state to test the ability of the sensor to detect the prepared glucose sample and to develop the sensing model. In each measurement test, a micropipette device loads an accurate 101  $\mu\text{L}$  into the sample container to achieve a homogeneous sample distribution and completely cover the sensitive area. After each measurement test, the sample container was carefully cleaned with DI water and laboratory tissue paper to compare the reference resonance.

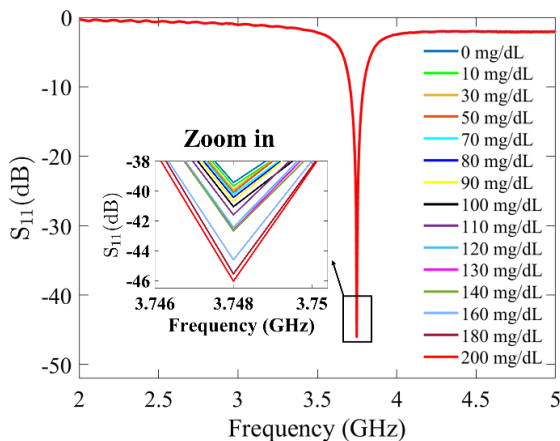


Fig. 5. Measured reflection responses ( $S_{11}$ ) as a function of frequency for the tested glucose concentrations  $G_{con}$ .

Measurements are recorded for changes in reflection responses  $S_{11}$  for the glucose samples tested, as shown in Fig. 5. It is evident that higher glucose concentrations lead to a decrease in the amplitudes of  $S_{11}$ . This observed shift signifies the sensor's potential selectivity and reveals minor fluctuations in the dielectric properties of the glucose samples. These variations can be attributed to the distinct dielectric properties of aqueous glucose solutions [10].

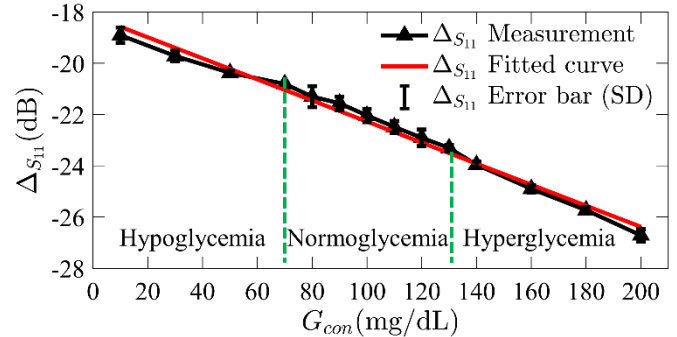


Fig. 6. Measured reflection response shift  $\Delta S_{11}$  as a function of the tested glucose concentration  $G_{con}$ .

Following recording the  $S_{11}$  results, a regression analysis was performed using MATLAB software to examine the relationship between the amplitude reflection response shift  $\Delta S_{11}$  and various glucose concentrations  $G_{con}$ . Fig. 6 demonstrates a strong linear regression between  $\Delta S_{11}$  and  $G_{con}$ , with a high coefficient of correlation ( $R^2$ ) of 0.989. To ensure the reliability of the analysis, all measurements were repeated five times, and the standard deviation (SD) error was calculated, yielding a maximum value of  $\pm 0.41$  at a glucose concentration of 80 mg/dL. The resulting detection model, derived from the regression analysis, is as follows:

$$G_{con}(\text{mg/dL}) = -24.3487 \Delta S_{11}(\text{dB}) - 442.4154 \quad (3)$$

In order to evaluate the reliability of the proposed biosensor for glucose monitoring, we conducted an analysis using Clarke Error Grid [11]. This analysis involved comparing the measured glucose concentrations (y-axis) obtained from model (3) with the actual glucose concentration values (x-axis). The grid is divided into five zones: A, B, C, D, and E. Zone A represents the optimal range with an error below 20%, considered acceptable for glucose monitoring. Zone B shows a slightly higher error but is still considered safe. However, zones C, D, and E pose risks due to significant errors in glucose measurement. As shown in Fig. 7, there is a strong agreement between the measured and actual values, confirming the clinical accuracy of the sensor for glucose monitoring. The difference between the measured and actual values is indicated by the SD error, which has a maximum of  $\pm 5.6$  at a glucose concentration of 200 mg/dL. Furthermore, by incorporating multiple sensing parameters such as reflection response frequency shift, amplitude shift, and Q-factor shift into a high-order mathematical predictive model, we can further enhance the accuracy of the measurements. Table 1 demonstrates that the proposed glucose sensor exhibits higher

sensitivity than other sensors discussed in the existing literature.

their professional and invaluable assistance in providing material and experimental test equipment.

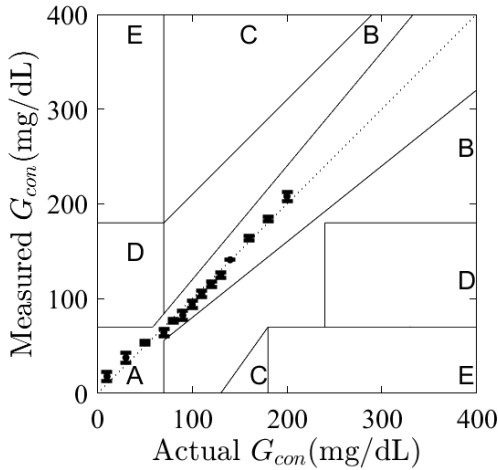


Fig. 7. Clark analysis of measured and actual glucose concentration  $G_{con}$

Table 1. Comparison with other microwave glucose sensors.

Ref.	Concentration (mg/dL)	Operating Frequency (GHz)	Sensing Parameter	S (dB per mg/dL)	Fabrication Technology
[12]	78-5000	1.4-1.9	$S_{11}$	0.0018	PCB
[13]	20-120 /100-600	7.8	$S_{11}$	0.012	PCB
[14]	0-400	2.4-2.9	$S_{21}$	0.000075	PCB
T. W	10-200	3.980	$S_{11}$	0.0417	3D/AME

#### IV. CONCLUSION

In this paper, we developed a fully 3D-printed microwave glucose sensing structure that consists of a circular container sample integrated into the highest sensitive area in the center of a rectangular SIW cavity. The sensor was fabricated in a one-step process using a novel AME technique, facilitating SIW structures' prototyping. The performance of the fabricated sensor is validated in laboratory experiments to detect glucose in aqueous solutions in the concentration range of Type-2 diabetes (10-200 mg/dL). The printed sensor has proven its ability to detect glucose level changes with a high sensitivity of about 0.0417 dB/(mg/dL), which is superior to other works in the literature. This could open the possibility of using 3D-printed sensors for in vitro continuous glucose monitoring.

#### ACKNOWLEDGMENT

The authors would like to sincerely acknowledge the Centre National Intégré sur le Manufacturier Intelligent (CNIMI) for their invaluable assistance and support in manufacturing.

Additionally, the authors would like to express their gratitude to the staff at the Tagnon Missihoun laboratory for

#### REFERENCES

- [1] N. H. Cho *et al.*, "IDF Diabetes Atlas: Global estimates of diabetes prevalence for 2017 and projections for 2045," (in eng), *Diabetes Res Clin Pract.*, vol. 138, pp. 271-281, Apr 2018, doi: 10.1016/j.diabres.2018.02.023.
- [2] N. Ahmadian, A. Manickavasagan, and A. Ali, "Comparative assessment of blood glucose monitoring techniques: a review," *Journal of Medical Engineering & Technology*, vol. 47, no. 2, pp. 121-130, 2023.
- [3] A. H. Allah, G. A. Eyebe, and F. Domingue, "Fully 3D-Printed Microfluidic Sensor Using Substrate Integrated Waveguide Technology for Liquid Permittivity Characterization," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 11, pp. 10541-10550, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3170507.
- [4] M. Hofmann, G. Fischer, R. Weigel, and D. Kissinger, "Microwave-Based Noninvasive Concentration Measurements for Biomedical Applications," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 61, no. 5, pp. 2195-2204, 2013, doi: 10.1109/TMTT.2013.2250516
- [5] H. Choi *et al.*, "Design and In Vitro Interference Test of Microwave Noninvasive Blood Glucose Monitoring Sensor," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 63, no. 10, pp. 3016-3025, 2015, doi: 10.1109/TMTT.2015.2472019.
- [6] H. R. Heidari, P. Rezaei, S. Kiani, and M. Taherinezhad, "A monopulse array antenna based on SIW with circular polarization for using in tracking systems," *AEU - International Journal of Electronics and Communications*, vol. 162, p. 154563, 2023/04/01/ 2023, doi: https://doi.org/10.1016/j.aeue.2023.154563.
- [7] N. Dimension, "DragonFly LMD," 2022. [Online]. Available: https://www.nano-di.com/ame-dragonfly-ldm.
- [8] C. M. A. Brady, and M. McCann, *Fundamentals of Medicalsurgical Nursing*. Hoboken, NJ, USA: Wiley, 2013.
- [9] A. Goyal *et al.*, "Differential clinical outcomes associated with hypoglycemia and hyperglycemia in acute myocardial infarction," (in eng), *Circulation*, vol. 120, no. 24, pp. 2429-37, Dec 15 2009, doi: 10.1161/circulationaha.108.837765
- [10] C. Jang, j. k. Park, H.-J. Lee, G.-H. Yun, and J.-G. Yook, "Temperature-Corrected Fluidic Glucose Sensor Based on Microwave Resonator," *Sensors*, vol. 18, p. 3850, 11/09 2018, doi: 10.3390/s18113850.
- [11] W. L. Clarke, D. Cox, L. A. Gonder-Frederick, W. Carter, and S. L. Pohl, "Evaluating clinical accuracy of systems for self-monitoring of blood glucose," (in eng), *Diabetes Care*, vol. 10, no. 5, pp. 622-8, Sep-Oct 1987, doi: 10.2337/diacare.10.5.622.
- [12] S. Y. Huang *et al.*, "Microstrip Line-Based Glucose Sensor for Noninvasive Continuous Monitoring Using the Main Field for Sensing and Multivariable Crosschecking," *IEEE Sensors Journal*, vol. 19, no. 2, pp. 535-547, 2019, doi: 10.1109/JSEN.2018.2877691.
- [13] Omkar, W. Yu, and S. Y. Huang, "T-Shaped Patterned Microstrip Line for Noninvasive Continuous Glucose Sensing," *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 28, no. 10, pp. 942-944, 2018, doi: 10.1109/LMWC.2018.2861565.
- [14] C. Jang, J. K. Park, H. J. Lee, G. H. Yun, and J. G. Yook, "Non-Invasive Fluidic Glucose Detection Based on Dual Microwave Complementary Split Ring Resonators With a Switching Circuit for Environmental Effect Elimination," *IEEE Sensors Journal*, vol. 20, no. 15, pp. 8520-8527, 2020, doi: 10.1109/JSEN.2020.2984779.



## **Annexe C – Fully Additive and Ultrahigh-Sensitivity CSRR based Microwave Sensor for Liquid Mixtures Permittivity Measurement**

Abdelhak Hamid Allah<sup>1</sup>, Guy Ayissi Eyebe<sup>1</sup>, and Frédéric Domingue<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Electrical and Computer Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières, Trois-Rivières, QC G9A 5H7, Canada

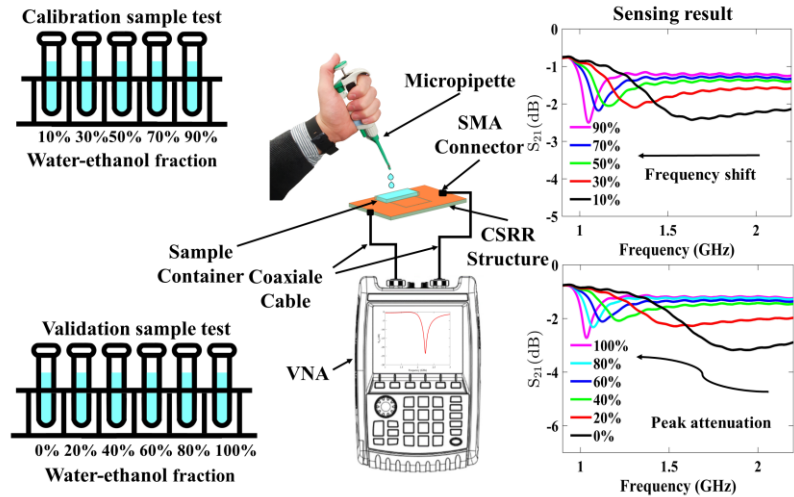
Article en préparation

# Fully additive and Ultrahigh-Sensitivity CSRR-based Microwave Sensor for liquid Mixtures Permittivity Measurement

Abdelhak Hamid Allah, Guy Ayissi Eyebe, and Frédéric Domingue

**Abstract**— This paper presents a fully 3D-printed microfluidic sensor based on a complementary split-ring resonator (CSRR) for measuring the relative complex permittivity of liquid under test (LUT) samples with ultrahigh sensitivity. The CSRR etched slot defines the sensitive area where the sample container is located, and at resonance, the electric field is concentrated in this region. The presence of LUT in the container causes variations in the transmission response and peak attenuation, which allows the relative complex permittivity of the LUT to be extracted. The proposed sensor is fabricated using a novel and fully integrated additive manufacturing electronics (AME) solution based on piezoelectric additive manufacturing. To enhance the sensor's sensitivity, a fully integrated sample container with a larger LUT volume is adopted to increase the interaction between the LUT and the electric field, reducing the effect of parasitic capacitance on the sensitive area. The sensor's functionality is validated experimentally and theoretically, demonstrating a high average sensitivity of 1.743% and good agreement with reference data for the relative complex permittivity of LUT samples.

**Index Terms**—3D printing, additive manufacturing, complementary split-ring resonator (CSRR), liquid under test (LUT), permittivity



To enhance the sensor's sensitivity, a fully integrated sample container with a larger LUT volume is adopted to increase the interaction between the LUT and the electric field, reducing the effect of parasitic capacitance on the sensitive area. The sensor's functionality is validated experimentally and theoretically, demonstrating a high average sensitivity of 1.743% and good agreement with reference data for the relative complex permittivity of LUT samples.

## I. INTRODUCTION

Microwave sensors have gained significant attention in various fields, such as chemistry [1], biomedicine [2], health care [3, 4], and manufacturing [5, 6]. This can be attributed to their superior performance, reliability, low manufacturing cost [7, 8], and compatibility with wireless systems and novel manufacturing technologies, including additive manufacturing [9-13]. The design flexibility and ability to respond in real-time of microwave sensors are the primary factors that justify their superiority over expensive and time-consuming chemical procedures.

Resonant-type microwave sensors have been extensively employed in various sensing systems for LUT dielectric characterization due to their higher sensitivity than non-resonant sensors [13-18]. Recently, resonant structures such as

split-ring resonators (SRRs) and complementary SRRs (CSRRs) coupled to microstrip transmission lines have been utilized for the design of resonant-type microwave sensors [19, 20]. These compact elements enable noncontact detection and exhibit a well-defined electric field along the sensitive area.

When the sensitive area is loaded with the LUT, the dielectric properties of the LUT impact the resonance characteristics (such as resonant frequency, peak attenuation, and Q-factor) of the sensor. These alterations can be utilized to determine the sensing principle and relative complex permittivity of the LUT and the sensor's overall performance.

Improving sensor performance to detect minor LUT dielectric permittivity changes requires high sensitivity. In order to achieve this, various microfluidic sensors have been proposed and studied. In one study [16], a high-sensitivity sensor based on CSRR was proposed, and its resonant frequency was observed to shift to 400 MHz when the relative permittivity of LUT increased from 9 to 79.7. Another study [15] proposed an ultrahigh sensitivity microfluidic sensor based on a step impedance resonator (SIR), which used a coupling capacitance suppression technique to achieve a resonance frequency shift of 480 MHz for an increase in water

This work was supported by Natural Science and Engineering Research Council of Canada

A. H. Allah, G. A. Eyebe, and F. Domingue are with Department of Electrical and Computer Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières, Trois-Rivières, QC G9A 5H7, Canada (e-mail: abdelhak.hamid.allah@uqtr.ca, guy.ayissi.eyebe@uqtr.ca, frederic.domingue@uqtr.ca). Corresponding Author (Abdelhak Hamid Allah)

concentration from 0 to 100% in a water-ethanol mixture. In [18] and [21], a meander slot was added to the CSRR structure to improve sensitivity further. The resonance frequency shifted by 760 MHz [18] and 700 MHz [21] when the water fraction varied from 0 to 100% in a water-ethanol mixture. To minimize the effects of environmental factors, differential CSRR was used in [22-24], resulting in a resonance frequency shift of 440 MHz [22] and 820 MHz [23] for the same water fraction range as before. In [25], the differential CSRR and meander slot were combined, resulting in a resonance frequency shift of 460 MHz for a water fraction varying from 0 to 100% in a water-methanol mixture. Finally, the CSRR grooved resonant structure was utilized in [26], resulting in a high resonance frequency shift of 1078 MHz for a water fraction range of 0 to 90% in a water-methanol mixture.

However, Improvement in sensitivity is closely linked to enhancing electric field distribution and reducing parasitic losses in the sensitive area where the loaded LUT is located. Most existing CSRR-based microfluidic sensors have concentrated on optimizing the geometry of the resonator's sensitive area to boost sensitivity. Despite the significant impact of this approach on sensitivity, there are still issues with parasitic capacitances in the sensitive area between the CSRR etched slot and the ground plane that cause an unexpected shift in resonance characteristics but do not contribute to the sensitivity mechanism. As a result, applying the LUT to the sensitive area does not affect these parasitic capacitances. Additionally, the microfluidic channels do not fully cover the sensitive area, which is important factor limiting sensitivity.

This article describes a fully 3D-printed CSRR-based microfluidic sensor produced using a novel 3D/AME method, which has improved sensitivity. To enhance sensitivity, the authors adopted a simple method based on optimizing the volume of the sample container, i.e., the volume of the LUT. According to this method, a fully integrated sample container with a larger volume of the LUT, enabling it to cover most of the sensitive area, generates a more powerful interaction between the LUT and the electric field, resulting in the confinement of almost all transverse electric fields in the LUT. This approach reduces the effect of parasitic capacitance on the sensitive area, affecting only the resonance characteristics that contribute to the sensitivity mechanism.

To the best of the authors' knowledge, the proposed sensor is the first fully additively manufactured CSRR-based microfluidic sensor using 3D/AME technology. It provides high sensitivity, validated by theoretical and experimental analysis.

This document is structured as follows: Section II illustrates the CSRR-based sensor design, implementation, operating principle, optimization method, and sensitivity analysis. The proposed 3D/AME solution, the process, and the materials employed for fabrication are presented in Section III. Section IV discusses the validation of the operating principle and experimental results, and the performance is compared with previous work. Finally, the paper is concluded in Section V.

## II. SENSOR DESIGN AND OPERATING PRINCIPLE

### A. Sensor design and Implementation

The physical model of the CSRR-based sensor, illustrated in Fig. 1(a) and (b), consists of a metallic microstrip transmission line that is capacitively coupled to the metallic ground plane of a square-shaped CSRR with dimensions ( $a \times b$ ) and positioned at a distance ( $s$ ) and gap ( $g$ ) from its edge. A rectangular dielectric sample container is constructed on the CSRR etched ground to hold the LUT.

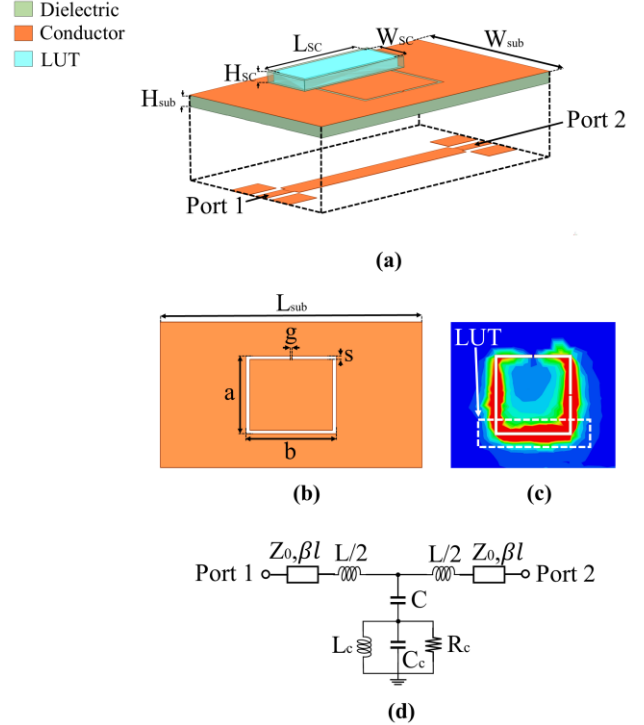


Fig. 1. (a) Schematic and (b) top view, (c) amplitude distribution of the total electric field at resonance on the ground plane, and (d) equivalent circuit model of the proposed CSRR design [27]. The geometrical dimensions in [mm] are  $L_{sub}=33.12$ ,  $W_{sub}=21.45$ ,  $H_{sub}=1.5$ ,  $L_{sc}=13.45$ ,  $W_{sc}=5$ ,  $H_{sc}=1.44$ ,  $a=11.5$ ,  $b=11$ ,  $g=0.2$ , and  $s=0.3$ .

### B. Basic Principle

The interaction between the electric or magnetic field stored in the CSRR resonator and an external LUT loaded into the sample container results in a perturbation of the field's distribution, causing a change in the resonant frequency and Q-factor. In resonant-type microwave sensors, there are general expressions that relate the change in resonance frequency and Q-factor to the permittivity and permeability of the LUT, which have been provided as follows [28, 29]:

$$\frac{f_r - f_0}{f_0} = \frac{\int_v (\Delta\epsilon E_1 \cdot E_0 + \Delta\mu H_1 \cdot H_0) dv}{\int_v (\epsilon_0 |E_0|^2 + \mu_0 |H_0|^2) dv} \quad (1)$$

$$\frac{Q_0 - Q_r}{Q_0 Q_r} = \frac{\int_v (\Delta\epsilon'' E_0 \cdot E_1 + \Delta\mu'' H_0 \cdot H_1) dv}{\int_v (\epsilon_0 |E_0|^2 + \mu_0 |H_0|^2) dv} \quad (2)$$

In (1) and (2)  $f_0$ ,  $f_r$ ,  $Q_0$ , and  $Q_r$  are the resonant frequency and Q-factor in an empty and loaded sample container, respectively.  $\Delta\varepsilon$  and  $\Delta\mu$  are the shift in relative permittivity  $\varepsilon$  and permeability  $\mu$  of free space, respectively. Furthermore,  $E_0$ ,  $H_0$ , and  $E_1$ ,  $H_1$  are the distributions of the electric and magnetic fields in an empty and loaded sample container, respectively. Moreover,  $v$  represents the perturbed volume, i.e., the volume of the resonator in the loaded sample container.

### C. Equivalent circuit and sensing principle

The topology depicted in Fig. 1(d) can be utilized to represent the equivalent circuit model of the CSRR-based sensor. The electrical length  $\beta l$  and the characteristic impedance  $Z_0$  characterize the access lines of the CSRR resonator for the two ports. Here, the resonator's phase and length are represented by  $\beta$  and  $l$ , respectively. The boundary capacitance between the ground plane and the rectangular CSRR patch can be simulated using  $C_C$ . Moreover,  $L_C$  denotes the inductance of the metallic trace linking the rectangular patch to the ground plane. The equivalent loss of CSRR is indicated by  $R_C$ .  $L$  and  $C$ , respectively, representing the inductance and capacitance of the microstrip line.

In Fig. 1(c), the amplitude distribution of the total electric field at resonance on the ground plane is concentrated mainly along the CSRR etched slot, corresponding to the gap capacitance  $C_C$ . The sensitive area is regarded as the CSRR etched slot, where the 3D dielectric sample container is integrated to maximize the LUT perturbation. The presence of the LUT in the sample container affects the capacitance  $C_C$ .

Previous studies [30, 31] considered the capacitances  $C_C$  and  $C'_C$  in an empty and loaded sample container.  $C'_C$  may be defined in terms of capacitance  $C_C$  as follows:

$$C'_C = C_C \left( \frac{\varepsilon_{r,SUB} + \varepsilon_{r,LUT}}{\varepsilon_{r,SUB} + 1} \right) \quad (3)$$

Where  $\varepsilon_{r,LUT}$  and  $\varepsilon_{r,SUB}$  are the relative permittivity of the LUT and the substrate, respectively, the resonance frequency and the Q-factor of the CSRR-based sensor can be calculated by using the following formula [15, 32]:

$$f_r = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_C(C+C'_C)}} \quad (4)$$

$$Q_r = \frac{f_r}{\Delta f_{r,3dB}} = R_C \sqrt{\frac{C+C'_C}{L_C}} \quad (5)$$

The process for calculating the lumped elements of the CSRR equivalent circuit model, as presented in Fig. 1(d), is described as follows:

- 1) The resonant frequency of  $L_C C$ , denoted by (6), is obtained by determining the point at which the  $S_{11}$  curve intersects the unit admittance circle of the Smith chart.

$$f_0 = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_C C}}, \omega_0 = 2\pi f_0 \quad (6)$$

- 2) From the Smith chart, the values of  $f_0$  and the susceptance  $B(\omega_0)$  are obtained using parameter  $S_{11}$ , as indicated in (7).

$$B(\omega_0) = \frac{L}{Z_0^2 + (\omega_0 L)^2} \quad (7)$$

- 3) The complex conjugate series impedance  $Z_s$  and shunt impedance  $Z_k$  can be determined using the relationship given in (8) when the phase of the transmission response is  $90^\circ$ .

$$Z_s(f_{90^\circ}) = -jZ_k(f_{90^\circ}) \quad (8)$$

By applying equations (6) to (8), the unknown parameters ( $L$ ,  $C$ ,  $L_C$ , and  $C_C$ ) can be calculated. The value of  $R_C$  is determined using Keysight ADS tuning. The lumped elements calculated using this method are listed in Table I.

To validate the reliability of the equivalent circuit model, the transmission response  $S_{21}$  was measured and compared to the simulation results for an empty and loaded sample container with different LUT samples, as illustrated in Fig. 2. The physical model and equivalent circuit model of the sensor were simulated using full-wave electromagnetic tools, namely Ansys HFSS and Keysight ADS, respectively. The  $S_{21}$  response, as depicted in the figure, shows a minimum value at resonance, indicating the presence of a band stop filter around the resonance frequency. Notably, the resonance frequency and peak attenuation are highest when the sample container is empty. However, the addition of LUT results in a significant change in the resonance and peak attenuation, which can be attributed to the LUT's dielectric properties, including its relative permittivity and losses, that impact the distribution and confinement of the electric field in the CSRR etched slot, as illustrated in Fig. 2. This alteration potentially leads to an increase in the capacitance  $C'_C$ , causing a downward shift in the resonance frequency and peak attenuation. Comparing the measurements and simulations reveals a close agreement and validates the proposed equivalent circuit model and sensing principle.

TABLE I  
EQUIVALENT CIRCUIT MODEL LUMPED ELEMENTS

LUT	$C(pF)$	$L(nH)$	$C_c(pF)$	$L_c(nH)$	$R_c(\Omega)$
Air	2.020	0.035	1.380	1.521	927
Ethanol	2.020	0.035	2.489	1.521	77.09
Water	2.020	0.035	3.986	1.521	38.40

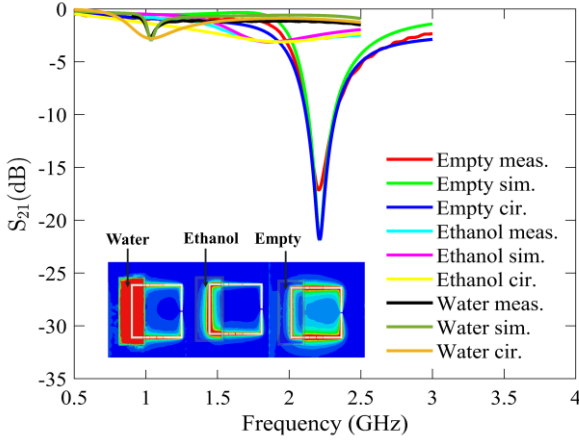


Fig. 2. Comparison between simulation and measurement of the transmission response  $S_{21}$  of the physical model and the equivalent circuit model of the designed sensor under different LUT samples and their associated total electric field amplitude distribution at resonance on the ground plane.

#### D. Sensitivity analysis

The designed sensor is used for liquid detection and characterization, therefore improving the relative sensitivity of the sensor is very important, which is provided by:

$$S = \frac{1}{f_r} \frac{df_r}{d\epsilon_{r,LUT}} = \frac{1}{f_r} \frac{df_r}{dC'_c} \frac{dC'_c}{d\epsilon_{r,LUT}} \quad (9)$$

According to [30, 31], the relative sensitivity can be determined through straightforward calculations using the following formula:

$$S = -\frac{1}{2} \frac{1}{(\epsilon_{r,SUB} + \epsilon_{r,LUT})} \quad (10)$$

Equation (10) reveals that the relative sensitivity of the sensor is independent of the CSRR resonator geometry and is instead determined by the relative permittivity of the LUT and the substrate. However, previous research studies, as indicated in [30, 31], have shown that the relative permittivity of the substrate has a negligible impact on the relative sensitivity. The use of equations (3), (4), (5), (9), and (10) is contingent upon the availability of a substrate and LUT of sufficient thickness to ensure that the resonator field lines do not extend beyond the substrate or LUT's end, which approximates a semi-infinite substrate and LUT. This requirement is discussed in [30, 31, 33]. Furthermore, this condition can be met even when using a finite substrate, provided the substrate is semi-finite ( $\epsilon_{r,SUB} \rightarrow \epsilon_{req,SUB}$ ). Since the equivalent relative permittivity of the substrate, represented  $\epsilon_{req,SUB}$ , contributes equally to the relative sensitivity

of the resonator, equations (3), (4), (5), (9), and (10) remain valid. If the approximation of a semi-infinite substrate and LUT is not valid, the relative sensitivity given by equation (10) will be influenced by the CSRR resonator's geometry. Nonetheless, this influence is minimal, as demonstrated by [30, 31].

In order to validate the semi-infinite substrate and LUT approximation and confirm the sensitivity analysis of equation (10), it is necessary to ensure that the LUT has sufficient thickness. To this end, the influence of the LUT's volume and dielectric properties on the relative sensitivity is studied. The sample container dimensions and the LUT's relative permittivity determine these properties. The study is conducted using numerical simulations in Ansys HFSS, where a semi-infinite LUT sample with permittivity values ranging from 6.46 to 75.57, obtained from the literature [34], is injected into the sample container. The width ( $W_{sc}$ ) of the sample container is varied from 3 mm to 7 mm, while the height ( $H_{sc}$ ) is adjusted from 0.48 mm to 2.40 mm, which corresponds to LUT volumes ( $V_{sc} = H_{sc} \times W_{sc} \times L_{sc}$ ) of 58.10  $\mu\text{L}$  to 135.57  $\mu\text{L}$  and 32.28  $\mu\text{L}$  to 161.40  $\mu\text{L}$ , respectively.

In the subsequent step, the relative frequency shift ( $df_r / f_r$ ) was computed for each dimension as a function of the LUT's relative permittivity, as illustrated in Fig.3. The relative sensitivity was derived from equation (9), and the derivative ( $1/d\epsilon_{r,LUT}$ ) was numerically calculated using the data points from Fig.3. Fig. 4 depicts the obtained relative sensitivity. Notably, an empty sample container was used as the baseline for all simulations.

The results of this study demonstrate that increasing the width, height, volume, and relative permittivity of the LUT leads to a stronger interaction between the LUT and the electric field, as depicted in Fig.2. The elimination of parasitic factors that do not affect the sensing principle enhances the LUT's sensitivity when placed in the capacitive gap. However, as illustrated in Fig. 3 and Fig. 4, exceeding a width of 5 mm and a height of 1.44 mm for the sample container does not significantly alter the relative frequency shift and sensitivity variation, indicating that most transverse electric fields occur within the LUT. In other words, increasing the sample container's dimensions beyond specific point results in an inefficient LUT with limited effect on relative sensitivity. Based on these findings, a sample container with a width of 5 mm, a height of 1.44 mm, and an equivalent volume of 96.84  $\mu\text{L}$  is deemed optimal, demonstrating good relative sensitivity while requiring minimal LUT.

The above discussion validates the LUT conditions and sensitivity analysis. It indicates that the dielectric properties and volume of the LUT determine the sensor's resonance characteristics and relative sensitivity. Now if the relative permittivity of LUT is taken as complex form by  $\epsilon_{r,LUT} = \epsilon'_{r,LUT} - j\epsilon''_{r,LUT}$ . While  $\epsilon'_{r,LUT}$  and  $\epsilon''_{r,LUT}$  represent the real and imaginary part of the relative complex permittivity. From (3), (4), (5), and (10), the capacitance  $C'_c$ , the resonance  $f_r$ , the Q-factor  $Q_r$ , and the sensitivity  $S$  will be functions of the relative complex permittivity of LUT.

$$C'_c = F_1(\epsilon_{r,LUT}) \quad (11a)$$

$$f_r = F_2(\varepsilon_{r,LUT}) \quad (11b)$$

$$Q_r = F_3(\varepsilon_{r,LUT}) \quad (11c)$$

$$S = F_4(\varepsilon_{r,LUT}) \quad (11d)$$

By examining this relationship, we may calculate the relative complex permittivity of an unknown LUT by measuring the proposed sensor's resonance frequency and transmission response characteristics.

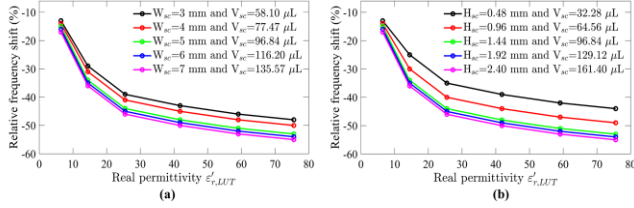


Fig. 3. For varying (a) widths and (b) heights of the sample container, simulated relative frequency shift versus LUT relative permittivity of the tested sample. The simulations' analysis considered the imaginary part of the LUT relative complex permittivity.

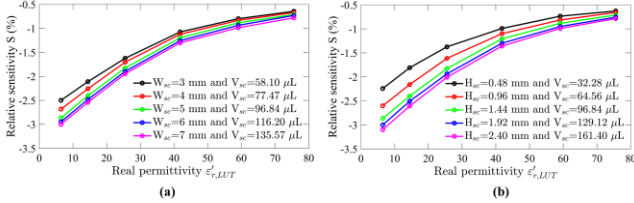


Fig. 4. For varying (a) widths and (b) heights of the sample container, simulated relative sensitivity versus LUT relative permittivity of the tested sample. The simulations' analysis considered the imaginary part of the LUT relative complex permittivity.

### III. PROPOSED ADDITIVE MANUFACTURING APPROACH

#### A. Printing Process

The CSRR-based sensor proposed in this study was fabricated using the DragonFly LDM™ 3D/AME printer from (Nano Dimension, USA) [35]. Fig.5 illustrates the 3D/AME system components equipped with two printing heads for spraying conductive and dielectric inks. Each head has 512 nozzles connected to ink-filled containers. The glass substrate used for printing and calibration of the prototype is placed on a printing plate measuring  $160 \times 160 \times 3 \text{ mm}^3$ . The dielectric ink is polymerized using ultraviolet (UV) radiation with a 395 nm amplitude, while the sintering of the conductive ink is carried out with an infrared (IR) lamp. The printing process is performed in a stable environment at a controlled temperature of  $140^\circ\text{C}$ - $170^\circ\text{C}$ .

As reported in [36], 3D/AME printing technologies are commonly categorized into five groups: stereolithographic apparatus (SLA), selective laser sintering (SLS), fused deposition modeling (FDM), digital light processing (DLP), and polymer jetting (PJ). The proposed 3D/AME method, as a type of inkjet printing, employs the piezoelectric printing technique on demand [37]. As shown in Fig.6(a), this technique is based on applying a voltage that creates a compression pulse in ink to force an ink droplet out of the nozzle. When the amplitude of the applied voltage reaches a

threshold voltage, the nozzles are turned ON, which forces the inks to be ejected.

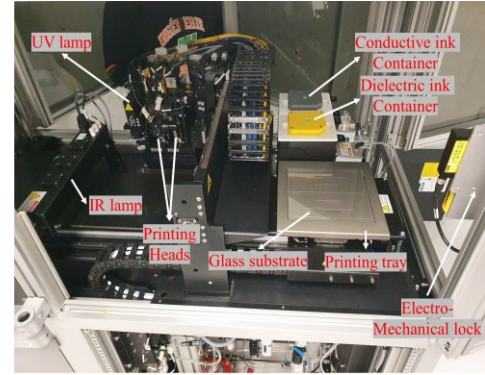


Fig. 5. The 3D/AME printer was used to build the proposed CSRR-based sensor.

The fabrication process of the sensor involves a layer-by-layer printing technique, which is continued until the desired total thickness is achieved. The sensor is split into two parts based on the conductive and dielectric patterns, designed using 3D CAD software, and saved as stereolithography (STL) files to facilitate printing. Both files are imported into the printer to begin the printing process, as depicted in Fig.6(b). The printing process is illustrated in four steps, as depicted in Fig.6(c):

- 4) Step a - A solder mask plane is printed at the bottom of the CSRR structure to facilitate soldering.
- 5) Step b - The dielectric layer, which forms the substrate, and the conductive layer, which forms the feed line, are simultaneously printed on the solder mask plane with a thickness of  $30 \mu\text{m}$ .
- 6) Step c - Another  $30 \mu\text{m}$  conductive layer is printed directly onto the dielectric substrate to create the CSRR ground plane. Concurrently, the dielectric sample container begins to be printed.
- 7) Step d - The 3D/AME printing process concludes with the printing of pure dielectric layers that build up the final shape of the sample container.

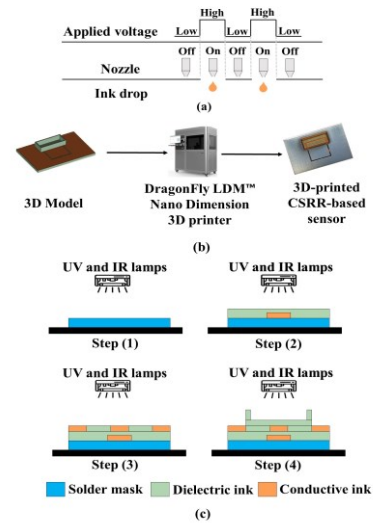


Fig. 6. (a) Operating principle of the piezoelectric inkjet. (b) Proposed 3D/AME method. (c) Fabrication steps of the dielectric/conductive one-step 3D/AME process.

## B. Printing Materials and Specifications

In order to produce the proposed sensor, an inkjet system is employed which utilizes two distinct types of ink: a conductive ink (AgCite™ nano silver) possessing a conductivity of  $11.2 \times 10^6$  S/m at 20 °C, and a dielectric ink (acrylate), which exhibits dielectric properties such as a dielectric constant  $\epsilon'_{r,SUB} = 2.79$  and tangential loss  $\tan \delta_{SUB} = 0.011$  at 2.205 GHz, as reported by [35]. These inks possess specific properties such as particle dimensions and dispersion, rendering them with distinct and complementary sintering and curing capabilities that make them suitable for precision 3D/AME tasks in microwave applications.

The inkjet printer can manufacture boards up to  $(x, y, z)$  of  $160 \times 160 \times 3$  mm<sup>3</sup>, with a design rule that mandates a minimum layer thickness of 0.3  $\mu$ m and 2.6  $\mu$ m for conductive and dielectric layers, respectively. This printer satisfies the design and quality criteria required for fabricating liquid microwave sensing circuits, where precise microfabrication is paramount.

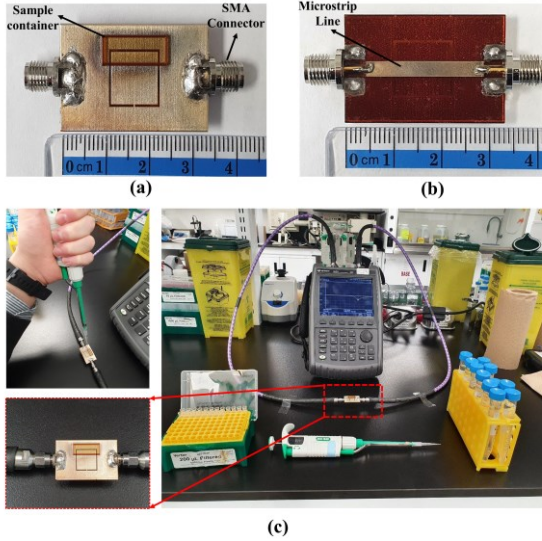


Fig. 7. (a) Top view and (b) bottom view of the fabricated sensor (c) experimental setup.

## IV. EXPERIMENTAL VALIDATION AND RESULT

### A. Experimental Setup Measurement

The 3D-printed sensor illustrated in Fig.7(a) and (b) is equipped with two 50  $\Omega$  Subminiature version A (SMA) connectors for conducting measurements. As depicted in Fig.7(c), the sensor is connected to an Agilent N9928A vector network analyzer (VNA) through a pair of 50  $\Omega$  coaxial cables. A standard short-open-load-through (SOLT) calibration is performed on both sensor ports in the 0.5-3.5 GHz frequency range using an Agilent Calkit 85521A, which involves 800 frequency points. In order to experiment, LUT samples of 96.84  $\mu$ L are injected into the sample container using a laboratory micropipette. Once the sample container is entirely filled with the liquid, and the transmission response stabilizes, it is recorded. Following the measurement of LUT, the sample container is cleaned repeatedly with deionized water and laboratory tissue until the transmission response returns to an empty state. All experimental procedures are performed at room temperature (25

°C) in a laboratory environment.

### B. Sensor Calibration

In order to accurately measure the relative complex permittivity ( $\epsilon_{r,LUT} = \epsilon'_{r,LUT} - j\epsilon''_{r,LUT}$ ) of LUT, water-ethanol mixtures with varying water volume fractions (ranging from 10% to 90% with a step of 20%) have been utilized [15, 16]. These mixtures possess a wide range of relative permittivity values, making them excellent for LUT calibration and developing predictive sensor models. The corresponding relative complex permittivity of the mixtures used for calibration is derived from existing literature at 2.205 GHz [34].

To conduct the experiment, the mixtures are injected into the sample container, and their transmission responses are recorded and presented in Fig.8(a). The corresponding resonance frequency ( $f_r$ ) and the peak attenuation ( $|S_{21}|_{\max}$ ) are plotted in Fig.8(b). As the graphs show, the presence of the LUT influences both  $f_r$  and  $|S_{21}|_{\max}$ . As the water volume fraction increases from 10% to 90%,  $f_r$  gradually shifts from 1.633 GHz to 1.049 GHz, while  $|S_{21}|_{\max}$  demonstrates a minimum value at 30% water volume fraction. Notably, the nonlinearity in  $f_r$  and  $|S_{21}|_{\max}$  as a function of water volume fractions is attributable to the nonlinear dielectric property of the water-ethanol mixture [16, 34].

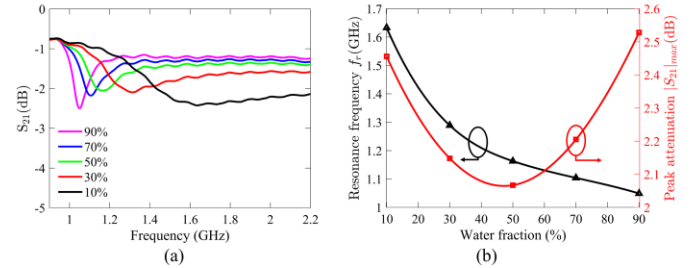


Fig. 8. (a) Measured transmission responses (b) The corresponding resonance frequency and peak attenuation of the sensor for water-ethanol samples with different volume fractions of water from 10% to 90% with a step of 20%.

This set of measurements is used to develop a predictive mathematical model of  $\epsilon_{r,LUT}$ . For this objective, a numerical equation linking changes in  $f_r$ ,  $|S_{21}|_{\max}$ , and  $\epsilon_{r,LUT}$ . The model equation is derived using the nonlinear least squares approach [15, 16] in MATLAB, as shown below :

$$\begin{bmatrix} \Delta f_r \\ \Delta |S_{21}|_{\max} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -0.0243 & -0.1679 \\ -0.0300 & -0.3446 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta \epsilon'_{r,LUT} \\ \Delta \epsilon''_{r,LUT} \end{bmatrix} \quad (12)$$

In (12),  $\Delta \epsilon'_{r,LUT} = \epsilon'_{r,LUT} - \epsilon'_{r,ref}$ ,  $\Delta \epsilon''_{r,LUT} = \epsilon''_{r,LUT} - \epsilon''_{r,ref}$ , the reference quantities are symbolized by the subscript "ref". In this case, the mixture with a water volume fraction of 50% is used as the reference. Inverting the matrix (12) yields the predictive mathematical model in (13) for calculating  $\epsilon_{r,LUT}$  of the given LUT samples:

$$\begin{bmatrix} \Delta \varepsilon'_{r,LUT} \\ \Delta \varepsilon''_{r,LUT} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -103.6293 & 50.4932 \\ 09.02230 & -7.2976 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta f_r \\ \Delta |S_{21}|_{\max} \end{bmatrix} \quad (13)$$

### C. Sensor Validation

A new set of concentrations of water-ethanol mixtures was employed to validate the mathematical model described in equation (13). The water volume fraction was (varied from 0 to 100% with a step of 20%) [15, 16], and the relative complex permittivity of the mixtures was extracted from [34] at 2.205 GHz. The measured transmission responses were presented in Fig.9(a), and the extracted  $f_r$  and  $|S_{21}|_{\max}$  were shown in Fig.9(b) as a function of the water volume fraction.

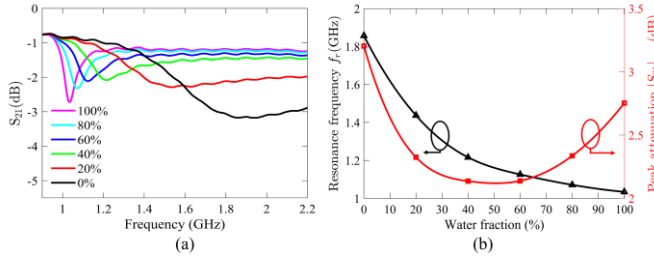


Fig. 9. (a) Measured transmission responses (b) The corresponding resonance frequency and peak attenuation of the sensor for water-ethanol samples with different volume fractions of water from 0% to 100% with a step of 20%.

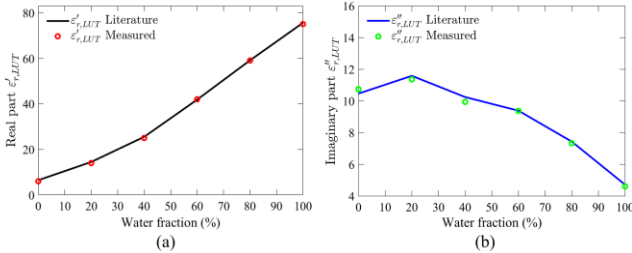


Fig. 10. Comparison between extracted and actual values of the: (a) real part and (b) imaginary part of the relative complex permittivity of the tested LUT.

Subsequently, the measured result was substituted in (13) to extract the measured value of  $\varepsilon_{r,LUT}$ , and Fig.10 compared the  $\varepsilon'_{r,LUT}$  and  $\varepsilon''_{r,LUT}$  values measured by the sensor with the actual values derived from the literature [34]. The most considerable inaccuracy in the  $\varepsilon'_{r,LUT}$  measurement was attained with a 60% water volume fraction, where the prediction model value was roughly 42.92, compared to the actual value of 41.81, resulting in a measurement error of 2.63%. Additionally, with a water volume fraction of 40%, the maximum error of 2.96% in the  $\varepsilon''_{r,LUT}$  measurement was achieved, where the prediction model value was 9.94, and its actual value was 10.25.

The minor discrepancies between the measured and actual values may have been caused by measurement inaccuracies or simplified linear equations in the prediction model. However, the acquired findings validated the model derived in (13) and the proposed sensor design. It is worth emphasizing that the resonance peak and Q-factor may also be employed to retrieve

the  $\varepsilon_{r,LUT}$  with high sensitivity [38]. Moreover, other sets of LUT samples covering a larger range of relative complex permittivity or a single high-order mathematical prediction model might increase measurement accuracy [39].

### D. Performance Comparison with Other Microwave Resonance Sensors

This subsection outlines comparisons between the presented CSRR-based sensor and the state-of-the-art microwave resonance sensors for liquid characterization. The main comparison factor is the sensitivity of the sensor, which is defined as follows [15, 23, 39]:

$$S(\%) = \left| \frac{f_{\varepsilon_{r,LUT}} - f_{\text{empty}}}{f_{\text{empty}} (\varepsilon_{r,LUT} - 1)} \right| \times 100 \quad (14)$$

Where  $f_{\varepsilon_{r,LUT}}$  is the resonance frequency for the LUT mixtures with  $\varepsilon_{r,LUT}$  and  $f_{\text{empty}}$  is the resonance frequency when the sample container is empty.

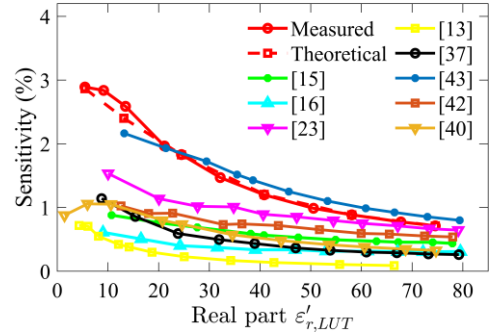


Fig. 11. Comparison between the designed and state-of-the-art sensors' sensitivity as a function of the real part of LUT relative complex permittivity.

Table II compares the proposed and existing state-of-the-art sensors in the literature based on critical sensing parameters such as operational frequency, LUT volume, sensor profile, and average sensitivity. To enable a fair comparison, Table II utilizes and compares the average sensitivity derived from averaging the data in Fig.11. The results demonstrate that the proposed sensor exhibits comparable performance while also delivering higher sensitivity than previous models found in the literature. Furthermore, the sensitivity of the proposed sensor is in close agreement with the theoretical equation (10). Based on the approximations considered in this study, this finding, which is the outcome of the sensitivity analysis, suggests that the sensitivity of the proposed sensor depends primarily on the dielectric permittivity and volume of the LUT [30, 31, 33].

The improved performance of the proposed sensor is primarily attributed to the optimized design incorporating a larger sample container into the CSRR. This larger volume of LUT enhances the electric field distribution within the LUT, which reduces the parasitic capacitance effect on the sensitive area that does not contribute to the sensitivity mechanism. As a result, the proposed sensor exhibits a significant frequency shift that translates into high sensitivity.

In addition to the superior sensor performance achieved, the



proposed 3D/AME solution offers several advantages over PCB fabrication:

- 1) The dielectric layer can be printed and integrated into the metal layer with fewer constraints on the distance between the dielectric and/or metal layers.
- 2) There is no requirement for a bonding step between the dielectric and/or metal layers.
- 3) The manufacturing cost remains constant despite an increase in the number of dielectric or metal layers.
- 4) The 3D/AME printing technology provides designers greater design flexibility over traditional PCB solutions, particularly in LUT sensing systems where accuracy is crucial.

As an illustration, the optimized dielectric sample container can be easily incorporated into the CSRR substrate and printed on top of the CSRR metal layer to enhance sensitivity. In contrast, a bonding framework is needed if a PCB solution is utilized. Additionally, the distance between the metal layers, the thickness of the dielectric layer, and the sample container size can be flexibly chosen to meet the sensing application's intended parameters, which is challenging to accomplish with PCB or low-temperature cofired ceramics (LTCC).

The proposed sensor showcases the utilization of a simple approach based on LUT volume optimization, enabled by 3D/AME technology, to manufacture an ultrasensitive CSRR-based microfluidic sensor. This sensor has the potential for various liquid detection applications, with one of its many possible chemical and biological applications being the measurement of glucose or lactate concentrations for blood monitoring purposes.

TABLE II

PERFORMANCE COMPARISON OF THE DESIGNED SENSOR WITH PREVIOUS DESIGNS.

Ref.	Res. Type	$f_{empty}$ (GHz)	LUT V( $\mu$ L)	$\Delta f_r$ (MHz)	Rel. Size ( $\lambda_g^2$ )	Avg Sens (%)	3D-AME
[40]	DGS	2.18	75	N/A	N/A	0.076	No
[41]	CSRR	2	3	N/A	N/A	0.318	No
[13]	SIW	3.98	101	235	0.742×0.530	0.345	Yes
[16]	SRR	1.35	3	N/A	N/A	0.382	No
[15]	SIR	1.91	0.64	480	N/A	0.578	No
[38]	EBG	2.38	N/A	N/A	0.198×0.198	0.588	No
[42]	CRLH TL	4.40	6	1090	0.316×0.506	0.612	No
[43]	SIW	2.45	2000	120	N/A	0.630	No
[44]	IDE-SRR	1.01	68	N/A	N/A	0.635	No
[45]	Series LC	1.66	0.7	539	0.116×0.116	0.695	No
[46]	CSRR	2.2	2.4	632	0.146×0.256	0.805	No
[23]	OCSRR	2.35	0.91	820	N/A	0.882	No
[18]	CSRR	2.22	0.52	760	0.148×0.259	0.980	No
T. W	CSRR	2.20	96.8 4	1171	0.154×0.243	1.743	Yes

## V. CONCLUSION

A fully 3D-printed microfluidic sensor with high sensitivity was proposed to extract the relative complex permittivity of a liquid sample by loading a CSRR structure on the microstrip line. To enhance the sensor's sensitivity, a fully integrated sample container with a larger LUT volume was used. This resulted in a stronger interaction between the LUT and the electric field, thereby reducing the effect of parasitic

capacitance on the sensitive area, which does not contribute to the sensitivity mechanism. The resonance frequency and peak attenuation changed according to the liquid sample injected into the sample container. A sensor prototype was fabricated using a conductive/dielectric printing system via a novel 3D/AME solution. The sensor was tested theoretically and experimentally, demonstrating an average sensitivity of 1.743%. This performance is highly competitive compared to previously reported designs. The successful development of a fully integrated sensor using 3D/AME technology proves that a low-cost, high-performance, time-saving fabrication technique can revolutionize sensing systems.

## ACKNOWLEDGMENT

The authors express their gratitude to the Centre National Intégré sur le Manufacturier Intelligent (CNIMI) for providing materials and fabrication support, which was made possible in part through an in-kind contribution from Nano Dimension USA Inc. Additionally, the authors would like to extend their appreciation to the staff of the Tagnon Missihoun laboratory for their valuable and professional assistance. Furthermore, the authors acknowledge the reviewers and journal staff for their constructive comments, which have enhanced the quality of this article.

## REFERENCES

- [1] S. O. Nelson and S. Trabelsi, "Dielectric spectroscopy measurements on fruit, meat, and grain," *Trans. ASABE*, vol. 51, no. 5, pp. 1829–1834, Sep. 2008, doi: 10.13031/2013.25298.
- [2] A. Daliri, A. Galehdar, S. John, C. H. Wang, W. S. T. Rowe, and K. Ghorbani, "Wireless strain measurement using circular microstrip patch antennas," *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 184, pp. 86–92, Sep. 2012, doi: 10.1016/j.sna.2012.07.003.
- [3] A. E. Omer *et al.*, "Multiple-cell microfluidic dielectric resonator for liquid sensing applications," *IEEE Sensors J.*, vol. 21, no. 5, pp. 6094–6104, Dec. 2021, doi: 10.1109/JSEN.2020.3041700.
- [4] M. E. Gharbi, R. Fernández-García, and I. Gil, "Textile Antenna-Sensor for In Vitro Diagnostics of Diabetes," *Electronics*, vol. 10, no. 13, p. 1570, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2079-9292/10/13/1570>.
- [5] G. Gennarelli, S. Romeo, M. R. Scarfi, and F. Soldovieri, "A microwave resonant sensor for concentration measurements of liquid solutions," *IEEE Sensors J.*, vol. 13, no. 5, pp. 1857–1864, Jan. 2013, doi: 10.1109/JSEN.2013.2244035.
- [6] M. H. Zarifi, S. Farsinezhad, K. Shankar, and M. Daneshmand, "Liquid sensing using active feedback assisted planar microwave resonator," *IEEE Microw. Wireless Compon. Lett.*, vol. 25, no. 9, pp. 621–623, Jul. 2015, doi: 10.1109/LMWC.2015.2451354.
- [7] J. Naqui *et al.*, "Transmission lines loaded with pairs of stepped impedance resonators: Modeling and application to differential permittivity measurements," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 64, no. 11, pp. 3864–3877, Oct. 2016, doi: 10.1109/TMTT.2016.2610423.
- [8] C. Yang, C. Lee, K. Chen, and K. Chen, "Noncontact measurement of complex permittivity and thickness by using planar resonators," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 64, no. 1, pp. 247–257, Dec. 2016, doi: 10.1109/TMTT.2015.2503764.
- [9] G. M. Rocco, M. Bozzi, S. Marconi, G. Alaimo, F. Auricchio, and D. Schreurs, "3D-printed microfluidic sensor in substrate integrated waveguide technology," in *2018 IEEE MTT-S Int. Microw. Workshop Ser. Adv. Mater. Processes RF THz Appl. (IMWS-AMP)*, Ann Arbor, MI, 16–18 July 2018 2018: IEEE, pp. 1–3, doi: 10.1109/IMWS-AMP.2018.8457168.
- [10] W. Su, S. Wang, R. Bahr, and M. M. Tentzeris, "Smart floating balls: 3D printed spherical antennas and sensors for water quality monitoring," in *2018 IEEE/MTT-S Int. Microw. Symp. IMS*,

- Philadelphia, PA, 10-15 June 2018 2018: IEEE, pp. 55–58, doi: 10.1109/MWSYM.2018.8439350.
- [11] M. A. Karimi, M. Arsalan, and A. Shamim, "Fully printed microwave sensor for simultaneous and independent level measurements of 8 liquids," in *2018 IEEE/MTT-S Int. Microw. Symp. IMS*, Philadelphia, PA, 10-15 June 2018 2018: IEEE, pp. 825–828, doi: 10.1109/MWSYM.2018.8439417.
- [12] G. M. Rocco *et al.*, "3-D printed microfluidic sensor in SIW technology for liquids' characterization," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 68, no. 3, pp. 1175–1184, Dec. 2020, doi: 10.1109/TMTT.2019.2953580.
- [13] A. H. Allah, G. A. Eyebe, and F. Domingue, "Fully 3D-Printed Microfluidic Sensor Using Substrate Integrated Waveguide Technology for Liquid Permittivity Characterization," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 11, pp. 10541–10550, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3170507.
- [14] H. Abdelwahab, A. Ebrahimi, F. J. Tovar-Lopez, G. Beziuk, and K. Ghorbani, "Extremely Sensitive Microwave Microfluidic Dielectric Sensor Using a Transmission Line Loaded with Shunt LC Resonators," *Sensors*, vol. 21, no. 20, p. 6811, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/21/20/6811>.
- [15] A. Ebrahimi, J. Scott, and K. Ghorbani, "Ultra-high-sensitivity microwave sensor for microfluidic complex permittivity measurement," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 67, no. 10, pp. 4269–4277, Aug. 2019, doi: 10.1109/TMTT.2019.2932737.
- [16] A. Ebrahimi, W. Withayachumnankul, S. Al-Sarawi, and D. Abbott, "High-sensitivity metamaterial-inspired sensor for microfluidic dielectric characterization," *IEEE Sensors J.*, vol. 14, no. 5, pp. 1345–1351, Dec. 2014, doi: 10.1109/JSEN.2013.2295312.
- [17] H. Y. Gan *et al.*, "Differential microwave microfluidic sensor based on microstrip complementary split-ring resonator (MCSRR) structure," *IEEE Sensors J.*, vol. 20, no. 11, pp. 5876–5884, Feb. 2020, doi: 10.1109/JSEN.2020.2973196.
- [18] L. C. Fan, W. S. Zhao, D. W. Wang, Q. Liu, S. Chen, and G. Wang, "An ultrahigh sensitivity microwave sensor for microfluidic applications," *IEEE Microw. Wireless Compon. Lett.*, vol. 30, no. 12, pp. 1201–1204, Oct. 2020, doi: 10.1109/LMWC.2020.3029060.
- [19] A. J. A. Al-Gburi, N. A. Rahman, Z. Zakaria, and M. Palandoken, "Detection of Semi-Solid Materials Utilizing Triple-Rings CSRR Microwave Sensor," *Sensors*, vol. 23, no. 6, p. 3058, 2023. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/23/6/3058>.
- [20] W. J. Wu and W. S. Zhao, "A Quality Factor Enhanced Microwave Sensor Based on Modified Split-Ring Resonator for Microfluidic Applications," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 23, pp. 22582–22590, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3215149.
- [21] W. J. Wu, W. S. Zhao, D. W. Wang, B. Yuan, and G. Wang, "Ultra-high-Sensitivity Microwave Microfluidic Sensors Based on Modified Complementary Electric-LC and Split-Ring Resonator Structures," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 17, pp. 18756–18763, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3090086.
- [22] H. Y. Gan *et al.*, "Differential Microwave Microfluidic Sensor Based on Microstrip Complementary Split-Ring Resonator (MCSRR) Structure," *IEEE Sensors Journal*, vol. 20, no. 11, pp. 5876–5884, 2020, doi: 10.1109/JSEN.2020.2973196.
- [23] J. Y. Yu, G. H. Liu, Z. Q. Chen, Y. Song, and M. H. You, "Design of OCSRR-Based Differential Microwave Sensor for Microfluidic Applications," *IEEE Sensors Journal*, pp. 1–1, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3211566.
- [24] W. J. Wu and W. S. Zhao, "A Differential THz/MW Sensor for Characterizing Liquid Samples Based on CSRs," *IEEE Sensors Journal*, vol. 23, no. 10, pp. 10429–10436, 2023, doi: 10.1109/JSEN.2023.3264878.
- [25] W. J. Wu, W. S. Zhao, D. W. Wang, B. Yuan, and G. Wang, "A Temperature-Compensated Differential Microstrip Sensor for Microfluidic Applications," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 21, pp. 24075–24083, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3115570.
- [26] D. Prakash and N. Gupta, "High-Sensitivity Grooved CSRR-Based Sensor for Liquid Chemical Characterization," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 19, pp. 18463–18470, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3198837.
- [27] J. Bonache, M. Gil, I. Gil, J. Garcia-Garcia, and F. Martin, "On the electrical characteristics of complementary metamaterial resonators," *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 16, no. 10, pp. 543–545, 2006, doi: 10.1109/LMWC.2006.882400.
- [28] D. M. Pozar, *Microwave engineering*. Fourth edition. Hoboken, NJ : Wiley, [2012] ©2012, 2012.
- [29] M. S. Boybay and O. M. Ramahi, "Material Characterization Using Complementary Split-Ring Resonators," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 61, no. 11, pp. 3039–3046, 2012, doi: 10.1109/TIM.2012.2203450.
- [30] J. Muñoz-Enano, J. Martel, P. Vélez, F. Medina, L. Su, and F. Martín, "Parametric Analysis of the Edge Capacitance of Uniform Slots and Application to Frequency-Variation Permittivity Sensors," *Applied Sciences*, vol. 11, no. 15, p. 7000, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2076-3417/11/15/7000>.
- [31] J. Muñoz-Enano, O. Peytral-Rieu, P. Vélez, D. Dubuc, K. Grenier, and F. Martín, "Characterization of the Denaturation of Bovine Serum Albumin (BSA) Protein by Means of a Differential-Mode Microwave Microfluidic Sensor Based on Slot Resonators," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 14, pp. 14075–14083, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3181542.
- [32] J. Bonache, M. Gil, I. Gil, J. Garcia-Garcia, and F. Martin, "On the electrical characteristics of complementary metamaterial resonators," *IEEE Microw. Wireless Compon. Lett.*, vol. 16, no. 10, pp. 543–545, Sep. 2006, doi: 10.1109/LMWC.2006.882400.
- [33] L. Su, J. Mata-Contreras, P. Vélez, A. Fernández-Prieto, and F. Martín, "Analytical Method to Estimate the Complex Permittivity of Oil Samples," *Sensors*, vol. 18, no. 4, p. 984, 2018. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/18/4/984>.
- [34] J. Z. Bao, M. L. Swicord, and C. C. Davis, "Microwave dielectric characterization of binary mixtures of water, methanol, and ethanol," *J. Chem. Phys.*, vol. 104, no. 12, pp. 4441–4450, Jun. 1996, doi: 10.1063/1.471197.
- [35] N. Dimension, "DragonFly LMD," 2022. [Online]. Available: <https://www.nano-di.com/ame-dragonfly-ldm>.
- [36] N. Duangrit, B. Hong, A. D. Burnett, P. Akkaraekthalin, I. D. Robertson, and N. Somjit, "Terahertz dielectric property characterization of photopolymers for additive manufacturing," *IEEE Access*, vol. 7, pp. 12339–12347, Jan. 2019, doi: 10.1109/ACCESS.2019.2893196.
- [37] T. Tilford, S. Stoyanov, J. Braun, J. C. Janhsen, M. K. Patel, and C. Bailey, "Comparative reliability of inkjet-printed electronics packaging," *IEEE Trans. Compon. Packag. Manuf. Technol.*, vol. 11, no. 2, pp. 351–362, Jan. 2021, doi: 10.1109/TCPMT.2021.3049952.
- [38] K. S. L. Parvathi and S. R. Gupta, "Ultra-high-Sensitivity and Compact EBG-Based Microwave Sensor for Liquid Characterization," *IEEE Sensors Letters*, vol. 6, no. 4, pp. 1–4, 2022, doi: 10.1109/LSSENS.2022.3159800.
- [39] W. Ye, D.-W. Wang, J. Wang, G. Wang, and W.-S. Zhao, "An Improved Split-Ring Resonator-Based Sensor for Microfluidic Applications," *Sensors*, vol. 22, no. 21, doi: 10.3390/s2218534.
- [40] B. Xie *et al.*, "High-Sensitivity Liquid Dielectric Characterization Differential Sensor by 1-Bit Coding DGS," *Sensors*, vol. 23, no. 1, p. 372, 2023. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/23/1/372>.
- [41] D. J. Rowe, S. Al-Malki, A. A. Abduljabar, A. Porch, D. A. Barrow, and C. J. Allender, "Improved split-ring resonator for microfluidic sensing," *IEEE Trans. Microw. Theory Techn.*, vol. 62, no. 3, pp. 689–699, Jan. 2014, doi: 10.1109/TMTT.2014.2299514.
- [42] X. Song and S. Yan, "A Sensitivity-Enhanced Sensor Based on Zeroth-Order Resonance for Liquid Characterization," *IEEE Journal of Electromagnetics, RF and Microwaves in Medicine and Biology*, vol. 6, no. 3, pp. 391–398, 2022, doi: 10.1109/JERM.2022.3146192.
- [43] N. A. Rahman *et al.*, "Liquid Permittivity Sensing Using Teeth Gear-Circular Substrate Integrated Waveguide," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 12, pp. 11690–11697, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3166561.
- [44] X. Bao *et al.*, "Integration of Interdigitated Electrodes in Split-Ring Resonator for Detecting Liquid Mixtures," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 68, no. 6, pp. 2080–2089, 2020, doi: 10.1109/TMTT.2020.2978051.

- [45] W. S. Zhao, B. X. Wang, D. W. Wang, B. You, Q. Liu, and G. Wang, "Swarm Intelligence Algorithm-Based Optimal Design of Microwave Microfluidic Sensors," *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, vol. 69, no. 2, pp. 2077-2087, 2022, doi: 10.1109/TIE.2021.3063873.
- [46] B. X. Wang, W. S. Zhao, D. W. Wang, J. Wang, W. Li, and J. Liu, "Optimal Design of Planar Microwave Microfluidic Sensors Based on Deep Reinforcement Learning," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 24, pp. 27441-27449, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3124294.



**Abdelhak Hamid Allah** received a B.Sc degree in electronic electrotechnic automatic and an M.Sc degree in automatic signal processing and industrial computing from Hassan 1st University, Morocco, in 2015 and 2017, respectively. In 2017, he joined the Mecanique Informatique Electronique Telecommunications (MIET) group, Faculty of Science and Technology, Settat, Morocco, where he was a research assistant. He is currently pursuing a Ph.D. degree in electrical engineering at Université du Québec à Trois-Rivières, Quebec, Canada. His current research focuses on microwave components for sensing. He has been a laboratory and teaching assistant in the Department of Electrical and Computer Engineering at the Université du Québec à Trois-Rivières.



**Guy Ayissi Eyebe** received an M. Ing. Degree in electrical engineering from École de Technologie Supérieure de Montréal, Canada, in 2012. He received a Ph.D. Degree and did his postdoctorate internship in Université du Québec à Trois-Rivières, Canada, in 2018, after joining the Telecoms Laboratory. He is an associate professor at Université du Québec à Trois-Rivières in Canada, a professor at Université de Yaoundé I in Cameroon, and a lecturer at these two universities and at École de Technologie Supérieure de Montréal. His research interests include printed electronics (smart materials, microwave sensing approaches, printing techniques), sportive performance assessment and energy harvesting. His industrial experience covers electronics design, RF design and EMI/EMC for HVAC, telecom and aerospace applications.



**Frédéric Domingue** received B.Eng. and Ph.D. degrees in electrical engineering from the Ecole de Technologie Supérieure, Canada, in 2004 and 2008, respectively. In 2009, he joined the Department for Heterogeneous Integration on Silicon, CEA-LETI, France, as a Postdoctoral Fellow. He is currently Professor with the Electrical and Computer Engineering Department, Université du Québec à Trois-Rivières, Canada. He holds the Canada Research Chair in Radio Frequency Technologies for Gas Detection. Prof. Domingue was the recipient of postgraduate scholarships (2004–2008) from the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and several distinctions and scholarships from the Quebec government.

## **Annexe D – Improved fully 3D-printed SIW-based Sensor for Non-invasive Glucose Measurement**

Abdelhak Hamid Allah<sup>1</sup>, Guy Ayissi Eyebe<sup>1</sup>, and Frédéric Domingue<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Electrical and Computer Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières, Trois-Rivières, QC G9A 5H7, Canada

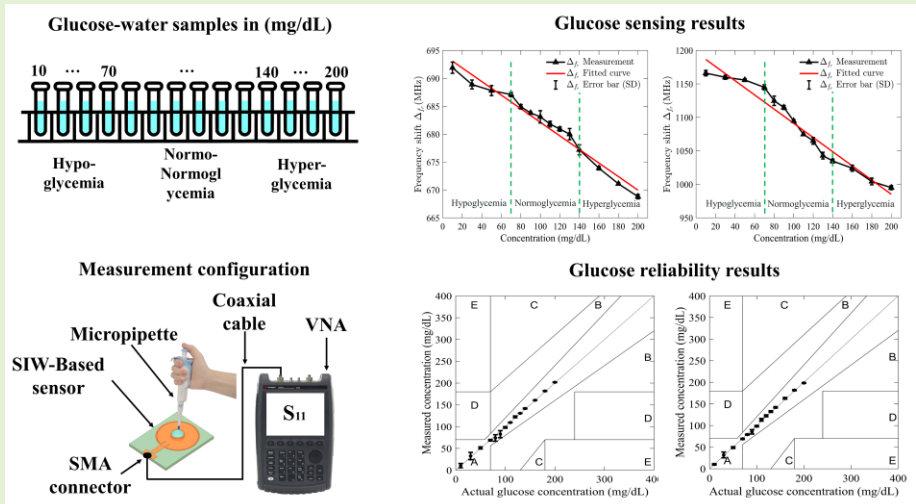
Article en préparation

# Improved fully 3D-printed SIW-based sensor for non-invasive glucose measurement

Abdelhak Hamid Allah, Guy Ayissi Eyebe, and Frédéric Domingue

**Abstract**— This research paper presents a fully 3D-printed high-sensitivity microfluidic microwave sensor based on substrate-integrated waveguide (SIW) technology for liquid detection in glucose monitoring applications. The proposed sensor's standard topology comprises a circular SIW cavity and an integrated sample holder in the cavity center's sensitive area to enhance the electric field disturbance caused by the loaded glucose liquid under test (LUT). The sensor operates in the  $TM_{010}$  fundamental mode at a resonance frequency of approximately 5.740 GHz. Its sensing principle is based on the resonance frequency shift of the reflection response  $S_{11}$  under different LUT glucose levels. A conductive sheath was partially added to cover the sample holder to improve the sensing sensitivity and the electric field's penetration inside the loaded LUT. The proposed sensor is fabricated by a novel and fully integrated additive manufacturing electronic (AME) method that enables the simultaneous fabrication of the entire sensor in a single pass without any additional post-manufacturing process. Simulations and measurements validate the proposed sensor's advantages, and it achieves high sensitivity in the concentration glucose monitoring range (10-200 mg/dL) prepared using D-(+) glucose, mimicking the concentration of Type-2 diabetes. The proposed sensor has several exciting advantages, including compact size, an innovative manufacturing method, a new approach to increase sensitivity, and an affordable price, making it a compelling proof of concept for non-invasive blood glucose monitoring in diabetic patients.

**Index Terms**—SIW, 3D-printing, microwave sensor, glucose monitoring, non-invasive, diabetes



## I. Introduction

Diabetes is a chronic metabolic disease characterized by high blood glucose concentration ( $C_{gl}$ ) levels, which occurs when the pancreas fails to produce enough insulin or when the body's insulin is used inefficiently. Insulin is a hormone that helps regulate  $C_{gl}$ . This can cause significant damage to the eyes, heart, blood vessels, kidneys, and nerves

This paragraph of the first footnote will contain the date on which you submitted your paper for review. It will also contain support information, including sponsor and financial support acknowledgment. For example, This work was supported in part by the Natural Science and Engineering Research Council of Canada.

The next few paragraphs should contain the authors' current affiliations, including current address and e-mail. For example, F. A. Author is with the National Institute of Standards and Technology, Boulder, CO 80305 USA (Corresponding author: Abdelhak Hamid Allah)

The authors are with Department of Electrical and Computer Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières, Trois-Rivières, QC G9A 5H7, Canada (e-mail: [abdelhak.hamid.allah@uqtr.ca](mailto:abdelhak.hamid.allah@uqtr.ca), [guy.ayissi.eyebe@uqtr.ca](mailto:guy.ayissi.eyebe@uqtr.ca), [frederic.domingue@uqtr.ca](mailto:frederic.domingue@uqtr.ca)).

over time [1]. Type-2 diabetes is the most frequent type, affecting about 90% of all persons with diabetes, while Type-1 diabetes and Gestational diabetes are the other types. According to the World Health Organization (WHO), diabetes affected 451 million people in 2017 and is projected to increase to 693 million people aged 18-99 worldwide by 2045 [2]. In North America, diabetes has affected 37.0 million people and is expected to affect approximately 5.0 million Canadians by 2025 [3] [4].

Diabetic patients can be classified into three groups based on their  $C_{gl}$  values; hypoglycemia ( $C_{gl} \leq 70$  mg/dL); normoglycemia ( $C_{gl}$  between 70 and 140 mg/dL); and hyperglycemia ( $140 \text{ mg/dL} \leq C_{gl}$ ) [5]. The WHO recommends frequently monitoring  $C_{gl}$  levels and taking remedies to achieve blood glucose reference values [3]. Strengthening diabetes surveillance with continuous glucose monitoring is one of the few options available to protect people with diabetes and to intensify preventive and enrichment care [6].

The glucometer is the most commonly used method to

determine  $C_{gl}$ . It collects a blood sample from the fingertip on a paper strip and places it in the glucometer [7]. However, this finger prick method is painful, uncomfortable, invasive, and uses a chemical mediator to detect glucose selectivity [8, 9]. Furthermore, each sample tested can only be measured once, limiting its application. Additionally, commercially available glucose test strips are not reusable, representing a high daily investment cost.

The analysis of glucose in blood and fluids through microwave components has been studied extensively [10, 11]. Resonators are commonly used in advanced devices to detect glucose in samples. To measure the characteristics of glucose LUTs, dielectric samples are applied to the sensing area of the resonator, causing changes in the electric field distribution and characteristic resonance changes. The development of resonator-based methods, such as antennas [12-15], dielectric resonator antennas [16, 17], waveguides [18, 19], split ring resonators (SRR) [20-22], and substrate-integrated waveguides (SIW) [23-25], have demonstrated their effectiveness in assessing the properties of glucose in the blood and aqueous solutions.

Two main measurement methods are commonly used in resonator-based glucose sensors: the immersive and sample holder types. The immersive type involves placing the resonator directly in the glucose LUT [26, 27], while the sample holder type injects the glucose LUT into a holder placed in the resonator's sensitive area [21, 23, 28]. However, the electric field distribution in the sample holder type is typically a two-dimensional cross-section due to the planar structure of most resonator-based sensors. As a result, it cannot be in complete contact with the LUT, which prevents contact contamination but reduces sensitivity and efficiency.

This paper presents a novel solution for addressing the issue of low sensitivity for in vitro and non-invasive glucose level measurements. The proposed solution is a SIW-based microfluidic sensor with a sample holder surrounded by a conductive sheath to improve sensitivity. By implementing SIW technology, the sensor achieves high-quality factor and sensitivity, constructing low-loss and cost-effectiveness. The sensor is fabricated using an innovative AME manufacturing method in a fully 3D process without increasing the size or profile of the sensor or requiring any additional post-manufacturing steps [29]. The sensor's performance has been tested through simulations and measurements, demonstrating its capability for in vitro glucose level measurements.

The remainder of this article is structured in the following manner. Section II introduces the blueprint of standard and optimized SIW-based sensors, outlining their operating principles, materials, and fabrication procedures using the proposed AME technique. Section III outlines the experimental setup, sample preparation, and testing process. Section IV showcases and analyzes the outcome and effectiveness of the glucose monitoring approach. Lastly, Section V provides a conclusion to this paper.

## II. SIW-BASED SENSOR DESIGN AND FABRICATION

### A. Standard SIW-based sensor design and sensing principle

The SIW-based sensor's standard topology is characterized by a cylindrical resonant SIW cavity that includes a sample holder constructed in the cavity's center and possesses a volume of  $V_{\text{holder}} = \pi (D_{\text{hold\_in}}/2)^2 H_{\text{hold}}$ . For measurement purposes. The cavity is fed by a microstrip line with dimensions ( $W_{\text{feed}} \times L_{\text{feed}}$ ). The operating principle of the sensor proposed is simple and involves the resonance of the cavity structure on the fundamental  $TM_{010}$  mode of the dominant  $TM_{mn0}$ , which can be calculated by:

$$f_r = \frac{\mu_{mn} c}{2\pi r \sqrt{\epsilon_r \mu_r}} \quad (1)$$

The root of the Bessel function,  $\mu_{mn}$ , along with the SIW cavity radius,  $r$ , and the permittivity and permeability of the dielectric material,  $\epsilon_r$  and  $\mu_r$ , respectively, play a crucial role in cavity's resonant frequency. At the resonant frequency, the concentration of the electric field is highly localized at the cavity's center, rendering this region highly susceptible to sample holder build-up. However, the presence of a loaded LUT alters the dielectric properties of the sensitive area, leading to a shift in the resonant frequency. The resulting variation can be expressed using the following equation [30].

$$\frac{\Delta f_r}{f_r} = \frac{\int_{v_c} (\Delta \epsilon E_1 \cdot E_0 + \Delta \mu H_1 \cdot H_0) dv}{\int_{v_c} (\epsilon_0 |E_0|^2 + \mu_0 |H_0|^2) dv} \quad (2)$$

In (2), the cavity volume is denoted as  $v_c$ , while  $\Delta f_r$ ,  $\Delta \epsilon$ , and  $\Delta \mu$  represent the variation in resonance frequency, complex permittivity, and complex permeability. The permittivity and permeability of free space are denoted by  $\epsilon_0$  and  $\mu_0$ , respectively. The subscripts  $E_0$ ,  $H_0$  and  $E_1$ , refer to the electric and magnetic fields of the empty and loaded cavities, respectively. When a relatively small LUT is used, the electric and magnetic fields inside the resonator are considered unchanged before and after LUT loading. For dielectric materials,  $\Delta \mu$  can be considered zero. Additionally, at the resonant frequency, the energy accumulated by the electric and magnetic fields in the resonant structure must be equivalent. Equation (2) is thus simplified under these circumstances:

$$\frac{\Delta f_r}{f_r} = \frac{\int_{v_s} \Delta \epsilon E_1 \cdot E_0 dv}{2 \int_{v_c} \epsilon_0 |E_0|^2 dv} \quad (3)$$

$v_s$  represents the LUT sample volume. It is shown by Equation (3) that the resonant frequency shift is mainly determined by the electric field variation caused by the loaded LUT.

### B. Sample holder performance analysis

In order to exploit the sensor's performance for detecting a loaded LUT while reducing its volume and overall cavity size,

the effect of the sample holder size and the LUT relative permittivity on the sensor performance was numerically examined. This was achieved using the full-wave 3D electromagnetic simulation software Ansys HFSS (high-frequency structure simulator). The sensor performance was analyzed by calculating the relative frequency shift, representing the LUT loaded's shifted resonance frequency ratio to the empty resonance frequency.

The results of the numerical simulation examination are presented in Fig. 1, which illustrates that as the diameter and height of the sample holder increase, the interaction between the LUT and electric field becomes more vital, increasing sensitivity. The relative frequency shift is steady as the sample holder diameter surpasses 6 mm, indicating that the LUT receives nearly all the transverse electric fields. Extending the sample holder diameter beyond specific point results in the LUT being wasted while having a negligible impact on the sensor's sensitivity. The optimized sample holder's final diameter and height values were 6 mm and 2.64 mm, respectively. After considering the parameters mentioned above, the volume of the optimized sample holder is estimated to be approximately  $V_{\text{holder}} = 74\mu\text{L}$ .

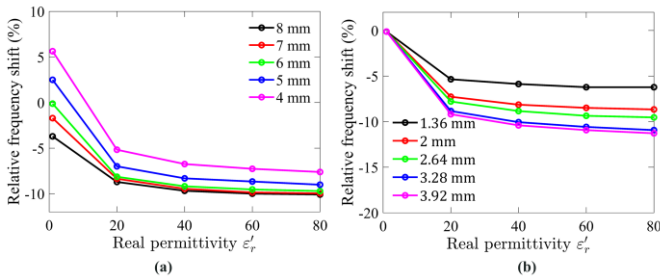


Fig. 1. Simulated relative frequency shift for various (a) sample holder diameters and (b) sample holder heights as a function of the relative permittivity of the LUT.

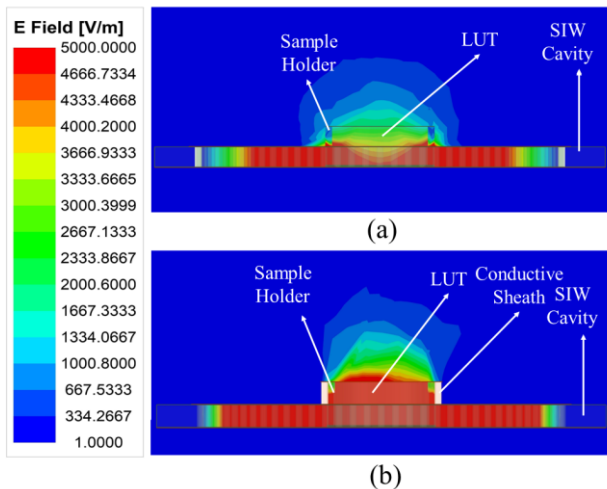


Fig. 2. Comparison of the electric field amplitude distribution at the resonant frequency of (a) the standard SIW-based sensor and (b) the optimized SIW-based sensor.

### C. Optimized SIW-based sensor design

The weak electric field distribution within the microfluidic sample holder limits the standard SIW-based topology sensor, leading to the degradation of detection sensitivity. As illustrated in Fig. 2, the distribution and penetration of the

electric field into the LUT can be enhanced by adding a conductive sheath around the sample holder. This modification automatically improves the interrogation of the LUT with the electric field, resulting in increased sensitivity, considered the most critical performance factor for microfluidic sensors. Furthermore, the conductive sheath functions as a waveguide section positioned over the SIW cavity, confining the holder's electric field and preventing stray radiation. A conductive sheath was integrated into the optimized SIW-based sensor to achieve this objective, as depicted in Fig. 3.

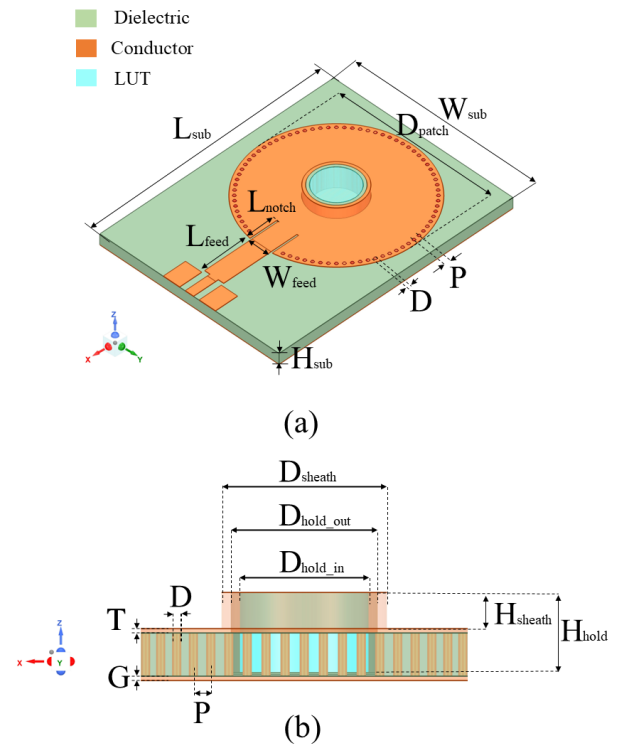


Fig. 3. (a) 3D view and (b) sectional view of the proposed SIW-based sensor. The geometric parameters in (mm) are :  $L_{\text{sub}}=43.56$ ,  $W_{\text{sub}}=33$ ,  $H_{\text{sub}}=1.5$ ,  $L_{\text{feed}}=9$ ,  $W_{\text{feed}}=3.5$ ,  $L_{\text{notch}}=0.3$ ,  $P=1.04$ ,  $D=0.5$ ,  $D_{\text{hold\_in}}=6$ ,  $D_{\text{hold\_out}}=7$ ,  $H_{\text{hold}}=2.64$ ,  $D_{\text{sheath}}=8$ ,  $H_{\text{sheath}}=1.47$ ,  $T=G=0.03$ .

### D. Materials and Additive manufacturing electronic method

The DragonFly™ LMD printer (Nano Dimension, USA) [31] is utilized for fabricating the proposed SIW-based sensor. As illustrated in Fig. 4(a), the printer has dimensions of ( $x=1400 \times y=800 \times z=1800$ ) and features two printheads for conductive and dielectric printing. The conductive print head is linked to a reservoir of silver nanoparticle-based ink with a conductivity of ( $11.2 \times 10^6$  S/m at 20 °C), which is utilized for conductive printing. On the other hand, the dielectric print head is linked to a reservoir of ultraviolet (UV) curable acrylic ink with dielectric properties (dielectric constant  $\epsilon_r = 2.77$ , and tangential loss  $\tan\delta = 0.012$  at 5.740 GHz), used for dielectric printing.

The AME technology employed by the printer is the piezoelectric inkjet, which utilizes liquid ink deposition and 512 nozzles per printhead. As Fig. 4(b) demonstrates, an

electrical voltage is supplied to the liquid to generate a pressure pulse, which ejects a 4pL droplet of conductive or dielectric ink out of the nozzle. The printing tray can accommodate a 3D design with a maximum size of ( $x = 160 \times y = 160 \times z = 3$ ) mm<sup>3</sup>, with a minimum resolution thickness of 0.3  $\mu\text{m}$  and 2.6  $\mu\text{m}$  for the conductive and dielectric layers, respectively.

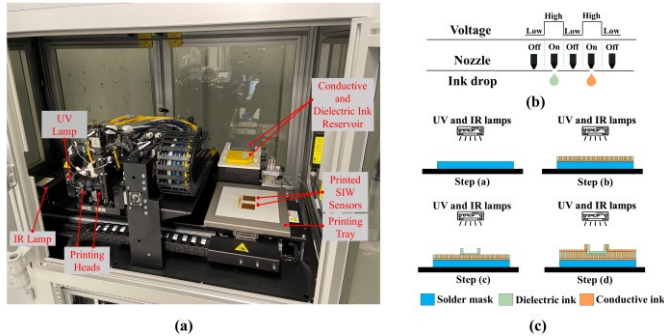


Fig. 4. (a) One-step additive manufacturing system (b) operating principle of the piezoelectric inkjet, and (c) printing process used to manufacture the proposed SIW-based sensor.

The printing process for the one-step additive manufacturing system, which involves the creation of conductive and dielectric materials, is depicted in Fig. 4(c). Initially, a thin solder mask is deposited on the bottom of the structure. Subsequently, predetermined patterns are followed to deposit the dielectric and conductive inks directly onto the solder mask to produce the structure's layers. Finally, infrared (IR) and ultraviolet (UV) lamps are activated to solidify the conductive and dielectric inks.

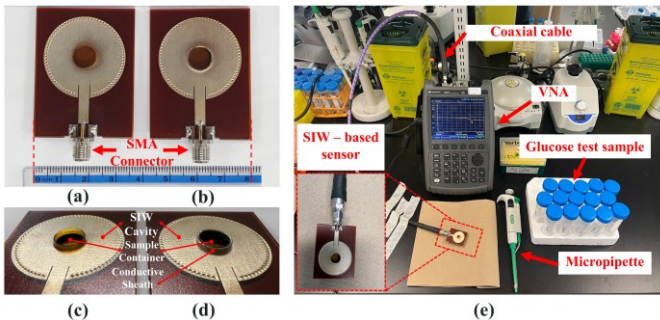


Fig. 5. (a) fabricated standard SIW-based sensor (b) fabricated optimized SIW-based sensor (c) zoom in on the standard SIW-based sensor (d) zoom in on the optimized SIW-based sensor (e) Configuration of the sensor's performance test.

### III. EXPERIMENTAL MEASUREMENTS

#### A. Experimental setup

To conduct a performance analysis of the 3D-printed standard and the optimized SIW-based sensors, as illustrated in Fig.5, two 50- $\Omega$  subminiature-A (SMA) version connectors were affixed to the sensors' supply line for experimental purposes. Subsequently, a stable experimental setup was established, as depicted in Fig.5 (e). The sensors were connected via a coaxial cable to a Keysight Technologies N9928A vector network analyzer (VNA) for data collection.

The VNA was calibrated using the Agilent 85521A module's standard Short-Open-Load (SOL) calibration approach to ensure reliable and repeatable measurements. The reflection scattering responses ( $S_{11}$  coefficient) were recorded by sweeping the frequency at 1001 points within the 4 - 7 GHz frequency range while maintaining an ambient temperature of  $25 \pm 1^\circ\text{C}$ .

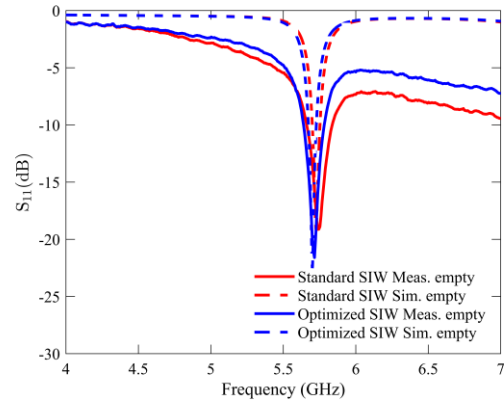


Fig. 6. Simulated and measured reflection scattering responses ( $S_{11}$  coefficient) for the standard and optimized SIW-based sensors in an empty sample holder.

#### B. Experimental empty measurements

The initial experimental measurement was performed under an unloaded condition with an empty sample holder. This particular condition was utilized as the reference point for all subsequent measurements of the glucose samples. Fig. 6 compares the  $S_{11}$  response of the standard SIW-based sensor and the optimized SIW-based sensor. The plotted data indicates that both sensors exhibit unloaded frequency resonances at approximately 5.740 GHz, with the standard SIW-based sensor displaying a peak resonance depth of -19.12 dB and the optimized SIW-based sensor demonstrating a step depth of -21.6 dB. The measurements and numerical simulations exhibit a high level of agreement, with minimal variations attributable to manufacturing and soldering tolerances.

#### C. Experimental glucose monitoring measurements

The proposed sensing approach for measuring glucose concentration in aqueous solutions was validated by performing the second experimental measurement step in a loaded sample holder, in which different glucose-water samples were injected. These samples were prepared by mixing D-(+) glucose powder and deionized (DI) water and were utilized to simulate the actual blood glucose concentration of Type-2 diabetes. This approach can be justified since water constitutes approximately 50% of the total blood volume and contains various amounts of other crucial components, such as glucose, Ca, Na, Cl, and K, which significantly contribute to the dielectric characteristics of blood [32]. The glucose-water samples, comprising 14 different samples covering the actual blood glucose



concentration levels for Type-2 diabetes, namely: Hypoglycemia:  $C_{gl,2} < 70 \text{ mg/dL}$ , Normoglycemia:  $70 \text{ mg/dL} \leq C_{gl,2} < 140 \text{ mg/dL}$ , and Hyperglycemia:  $140 \text{ mg/dL} \leq C_{gl,2}$ , were prepared in the laboratory using a micropipette and the dilution formula  $C_{gl,1}V_{gl,1} = C_{gl,2}V_{gl,2}$ , where the volume  $V_{gl,1}$  was obtained from a glucose stock solution with a concentration of  $C_{gl,1} = 1000 \text{ mg/dL}$ , and the volume  $V_{gl,2} = 50 \text{ ml}$  was calculated with the desired glucose concentrations varying from  $C_{gl,2} = 10$  to  $200 \text{ mg/dL}$ .

The glucose measurements were performed by filling the sample holder with a volume sample of  $74 \mu\text{L}$  using a micro pipetting procedure. The corresponding  $S_{11}$  was recorded after the micro pipetting was immediately stopped ( $< 6\text{s}$ ). Distilled water was used to rinse the sample holder after each measurement step, and laboratory tissue was used to clean it and remove the previously tested sample, ensuring a fair comparison of resonance response before loading the following sample.

#### IV. RESULTS AND DISCUSSION

##### A. Experimental glucose monitoring results and sensing model

Fig.7 and Fig.8 present the recorded changes in  $S_{11}$  for the standard and optimized SIW-based sensors, respectively. It is worth noting that with an increase in glucose concentration, the resonance frequencies of  $S_{11}$  move towards higher frequencies while exhibiting a visible change in amplitude. This outcome is predictable as the permittivity properties of the glucose sample induce slight changes in the overall permittivity of the sample holder. Accordingly, the shift in resonant frequency is regarded as the principal detection parameter.

Once the  $S_{11}$  response results were recorded, a regression analysis was performed to assess the relationship between the shift in resonance frequency and the concentrations of the tested glucose solutions. Fig.9(a) and 9(b) illustrate the outcomes of the applied analysis for the standard and optimized SIW-based sensors, respectively. The analysis revealed that there is a linear relationship between the resonance frequency shift and glucose concentrations, with a high correlation coefficient ( $R^2$ ) of 0.97 and 0.95 for the standard and optimized SIW-based sensors, respectively.

To demonstrate the repeatability and selectivity of the measurements, the  $S_{11}$  response of the sensors was recorded three times under unchanged test conditions. The standard deviation (SD) error bar was applied to the measured resonance frequency shift, which revealed a maximum value of around ( $\pm 1 \text{ MHz}$ ) for a glucose concentration of  $130 \text{ mg/dL}$  for the standard SIW-based sensor and ( $\pm 7 \text{ MHz}$ ) for a glucose concentration of  $80 \text{ mg/dL}$  for the optimized SIW-based sensor. This analysis indicates that the test error is insignificant, indicating a good repeatability test. Additionally, the resonant frequency shift is adequate for small concentrations, demonstrating the excellent selectivity

potential of the proposed sensor for glucose monitoring applications.

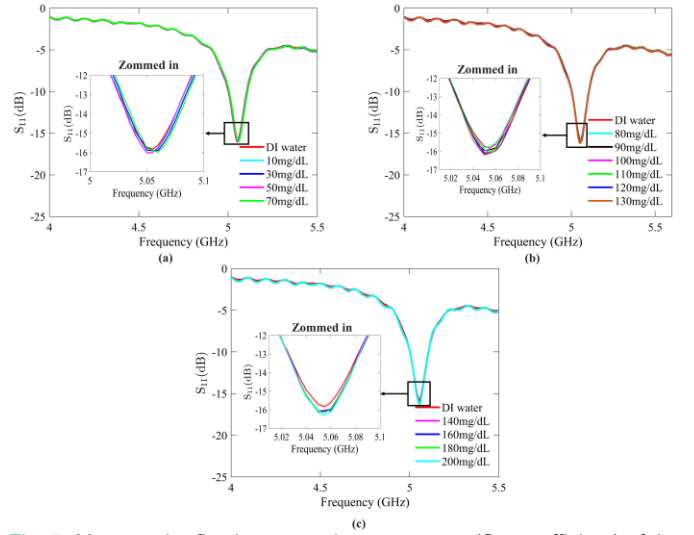


Fig. 7. Measured reflection scattering responses ( $S_{11}$  coefficient) of the standard SIW-based sensor for tested glucose concentrations: (a) Hypoglycemia, (b) Normoglycemia, and (c) Hyperglycemia.

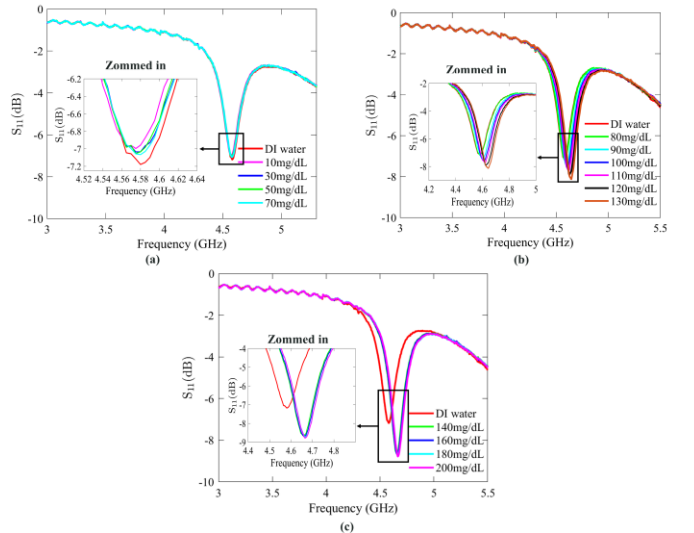


Fig. 8. Measured reflection scattering responses ( $S_{11}$  coefficient) of the optimized SIW-based sensor for tested glucose concentrations: (a) Hypoglycemia, (b) Normoglycemia, and (c) Hyperglycemia.

In order to develop the sensing mathematical model of the proposed sensor, the regression set data shown in Fig.9 was utilized. The mathematical model for the standard SIW-based sensor was obtained by using the frequency shift, which is as follows:

$$C_{gl}(\text{mg/dL}) = 5.4669 \times 10^3 - 7.8740 \times \Delta f_r(\text{MHz}) \quad (4)$$

While the sensing model obtained for the optimized SIW-based sensor is given by:

$$C_{gl}(\text{mg/dL}) = 1.1292 \times 10^3 - 0.9434 \times \Delta f_r(\text{MHz}) \quad (5)$$

Based on the measured concentrations from models (4) and (5) and the actual concentrations in Table I and Table II, respectively, it can be concluded that both sensors can detect glucose levels in aqueous solutions. The highest measurement uncertainty was observed in the  $90 \text{ mg/dL}$  concentration obtained by model (4), which had an uncertainty of 8.19%,

whereas the 30 mg/dL concentration obtained by the model (5) had an uncertainty of 6.66%. Model (5) demonstrated greater accuracy in most of the tested glucose concentrations, which supports the effectiveness of the added conductive sheath as shown by the change in  $S_{11}$  amplitude and resonant frequency in Fig.8. By incorporating the resonant frequency shift and reflection response in a mathematical model, the measurement accuracy can be further improved.

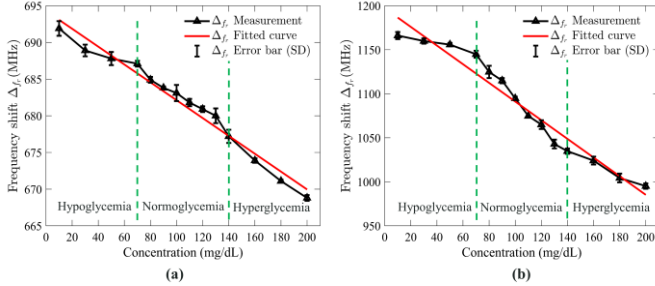


Fig. 9. Measured resonance frequency shift of (a) the standard SIW-based sensor and (b) the optimized SIW-based sensor versus tested glucose concentrations.

TABLE I

COMPARISON OF THE MEASURED AND ACTUAL GLUCOSE CONCENTRATIONS USING THE STANDARD SIW-BASED SENSOR MODEL (4)

Actual $C_{gl}$ (mg/dL)	$\Delta f_r$ (MHz)	Meas. $C_{gl}$ (mg/dL)	Error (%)
10	691.90	10.50	5.00
30	688.90	32.51	8.09
50	687.80	51.18	2.36
70	687.10	68.69	1.86
80	684.90	74.01	7.48
90	683.80	82.67	8.13
100	683.10	98.18	1.81
110	681.80	109.42	0.52
120	680.90	122.51	2.09
130	680.00	130.59	0.46
140	677.20	141.64	1.17
160	673.90	160.62	0.39
180	671.10	181.67	0.93
200	668.80	201.78	0.89

TABLE II

COMPARISON OF THE MEASURED AND ACTUAL GLUCOSE CONCENTRATIONS USING THE OPTIMIZED SIW-BASED SENSOR MODEL (5)

Actual $C_{gl}$ (mg/dL)	$\Delta f_r$ (MHz)	Meas. $C_{gl}$ (mg/dL)	Error (%)
10	1166.10	10.15	1.50
30	1159.90	32.00	6.66
50	1155.80	48.96	2.06
70	1144.90	69.15	1.21
80	1124.80	79.11	1.10
90	1114.90	85.45	5.05
100	1094.70	98.50	1.49
110	1074.80	113.28	2.98
120	1065.00	122.52	2.10
130	1042.90	132.37	1.82
140	1034.80	142.01	1.44
160	1024.10	163.11	1.94
180	1004.30	181.79	0.99
200	0995.10	198.47	0.76

## B. Sensor glucose monitoring reliability validation

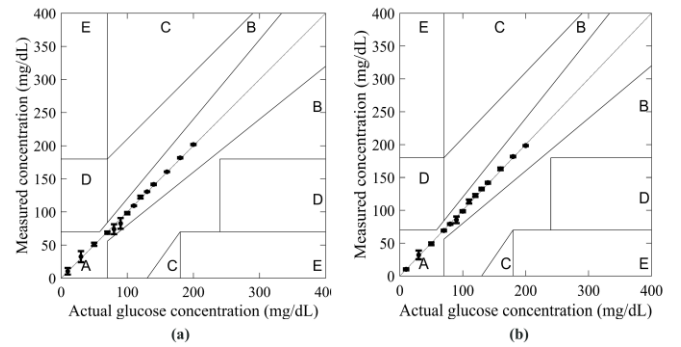


Fig. 10. Clarke's error grid obtained from the measurement for tested glucose concentrations (a) standard SIW-based sensor (b) optimized SIW-based sensor.

TABLE III

COMPARISON BETWEEN STATE-OF-ART MICROWAVE SENSORS USED FOR GLUCOSE MONITORING

Ref.	Sample $V$ ( $\mu$ L)	$C_{gl}$ (mg/dL)	Oper. Freq. $f_r$ (GHz)	Sensing Parameter	S (MHz per (mg/dL) or dB per (mg/dL))	Fabrica. Technology
[33]	7500	78-5000	1.4-1.9	$S_{11}$	1.800E-03	PCB
[34]	2	2000-10000	2.074	$f_r(S_{21})$	1.000E-02	PCB
[35]	125	100-1000	4.8	$f_r(S_{11})$	1.400E-02	PCB
[36]	500	20-120 /100-600	7.8	$S_{11}$	1.200E-02	PCB
[37]	20	4000-20000	2.5-6	$S_{21}$	1.000E-04	PCB
[38]	600	40-140	2.45	$f_r(S_{21})$	(4.5-9.5)E-01	PCB
[21]	500	400-1200	7.8	$f_r(S_{11})$	(2.74-3.34)E0-1	PCB
[39]	50	67-400	2.395	$f_r(S_{31})$	7.20E0-1	PCB
[40]	40	0-400	4.4	$f_r(S_{21})$	13.00E-01	PCB
[41]	2	50-250	3.46	$f_r(S_{11})$	2.450E-01	PCB
[42]	N/A	250-16000	2.4-2.5	$f_r(S_{11})$	7.8285E-3	PCB
[43]	1.2	0-25	0.743	$f_r(S_{21})$	1.720E-01	PCB
[44]	1500	50-350	22-32	$f_r(S_{12}/S_{21})$	7.000E-02	PCB
T.W	74	10-200	5.715 / 5.745	$f_r(S_{11})$	1.220E-01 / 12.180E-01	AME 3D

In order to investigate the reliability of sensors in glucose monitoring applications, the measured and actual glucose concentrations were plotted using the Clarke error grid. This grid was developed in 1987 by biologist Clarke to assess commercial glucometers' reliability [45]. On the grid, the X-axis represents actual glucose concentrations, while the Y-axis represents measured glucose concentrations. Glucose concentration errors are divided into five zones: A, B, C, D, and E. Zone A, below 20%, is considered optimal for glucose concentration. In contrast, zone B, above 20%, is not compliant. Finally, zones C, D, and E are considered unsafe for glucose concentration and may harm the patient's health. In Fig.10, all measured values for both SIW-based sensors were found to be in zone A, which confirms the reliability of these sensors in glucose monitoring applications.

## C. Sensor performance comparisons

To demonstrate the effectiveness of our proposed SIW-based sensor, Table III presents a comparative analysis with

the existing literature on several crucial sensing factors. Our sensor surpasses other sensors in detecting slight variations in glucose concentration within the Type-2 diabetes range, achieving a maximum accuracy of approximately 10% with high detection sensitivity. The sensitivity ( $S$ ) of the sensor is gauged by the change in resonant frequency that it can achieve per unit alteration in the tested glucose concentration. Apart from its sensitivity, our sensor boasts several notable features, such as non-destructiveness, miniaturization, affordability, a novel sensitivity enhancement technique, and ease of fabrication through cutting-edge AME printing technology. These features demonstrate significant potential for developing a new SIW-based sensor for monitoring blood glucose levels.

## V. CONCLUSION

This paper introduces a microfluidic microwave SIW-based sensor for monitoring liquid glucose with enhanced sensitivity. The detection structure consists of conductive side vias, a pair of top and bottom conductive plates, and a sample holder integrated into the SIW cavity-sensitive area to detect glucose. A conductive sheath, partially covering the sample holder, is included to improve the electrical field interrogation and detection sensitivity when loaded with LUT. The resonant frequency of the reflection responses (coefficient  $S_{11}$ ) changes with the presence of LUT, which determines the sensing principle. The fabricated sensor's sensing principle and performance were tested using experimental laboratory measurements on different liquid samples simulating synthetic blood with low glucose concentrations (10-200 mg/dL) corresponding to Type-2 diabetes. The proposed improved sensor can monitor different glucose concentrations with high sensitivity of approximately 1.218 MHz/(mg/dL) and features a simple design, low cost, miniature size, and innovative sensitivity enhancement method. It can significantly contribute to developing a high-sensitivity in-vitro sensor for body fluids and non-invasive blood glucose monitoring for diabetes.

## ACKNOWLEDGMENT

The authors express gratitude towards several parties for their contributions to the research presented in this article. Firstly, they acknowledge the Centre National Intégré sur le Manufacturier Intelligent (CNIMI) for supporting materials and fabrication. This support was made possible, in part, through an in-kind contribution from Nano Dimension USA Inc. The authors also thank the Tagnon Missihoun laboratory staff for their professional and helpful assistance throughout the research process. Finally, the authors would like to acknowledge the valuable comments and feedback provided by the reviewers and journal staff, which helped improve this article's quality.

## REFERENCES

- [1] W. H. Organization, "Diabetes," *WHO*, 2021.
- [2] N. H. Cho *et al.*, "IDF Diabetes Atlas: Global estimates of diabetes prevalence for 2017 and projections for 2045," (in eng), *Diabetes Res Clin Pract*, vol. 138, pp. 271-281, Apr 2018, doi: 10.1016/j.diabres.2018.02.023.
- [3] W.H.O, "WHO World health day 2016 WHO calls for global action to halt rise in and improve care for people with diabetes," *WHO*, 2016.
- [4] R. L.Houlden, "Diabetes Canada Clinical Practice Guidelines Expert Committee," *Diabetes canada*, 2021.
- [5] A. Goyal *et al.*, "Differential clinical outcomes associated with hypoglycemia and hyperglycemia in acute myocardial infarction," (in eng), *Circulation*, vol. 120, no. 24, pp. 2429-37, Dec 15 2009, doi: 10.1161/circulationaha.108.837765.
- [6] D. R. Whiting, L. Guariguata, C. Weil, and J. Shaw, "IDF diabetes atlas: global estimates of the prevalence of diabetes for 2011 and 2030," (in eng), *Diabetes Res Clin Pract*, vol. 94, no. 3, pp. 311-21, Dec 2011, doi: 10.1016/j.diabres.2011.10.029.
- [7] D. D. C. a. J. A. Stenken, "In Vivo Glucose Sensing": Wiley 2009.
- [8] M. Liu, R. Liu, and W. Chen, "Graphene wrapped Cu2O nanocubes: Non-enzymatic electrochemical sensors for the detection of glucose and hydrogen peroxide with enhanced stability," *Biosensors and Bioelectronics*, vol. 45, pp. 206-212, 2013/07/15/ 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.bios.2013.02.010>.
- [9] Q. Yan, B. Peng, G. Su, B. E. Cohan, T. C. Major, and M. E. Meyerhoff, "Measurement of Tear Glucose Levels with Amperometric Glucose Biosensor/Capillary Tube Configuration," *Analytical Chemistry*, vol. 83, no. 21, pp. 8341-8346, 2011/11/01 2011, doi: 10.1021/ac201700c.
- [10] W. Withayachumnankul, K. Jaruwongrunsee, A. Tuantranont, C. Fumeaux, and D. Abbott, "Metamaterial-based microfluidic sensor for dielectric characterization," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 189, pp. 233-237, 2013/01/15/ 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2012.10.027>.
- [11] H. Choi *et al.*, "Design and In Vitro Interference Test of Microwave Noninvasive Blood Glucose Monitoring Sensor," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 63, no. 10, pp. 3016-3025, 2015, doi: 10.1109/TMTT.2015.2472019.
- [12] H. Cano-Garcia *et al.*, "Reflection and transmission measurements using 60 GHz patch antennas in the presence of animal tissue for non-invasive glucose sensing," in *2016 10th European Conference on Antennas and Propagation (EuCAP)*, 10-15 April 2016 2016, pp. 1-3, doi: 10.1109/EuCAP.2016.7481178. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&number=7481178&ref=>
- [13] J. Hanna, J. Costantine, R. Kanj, A. A. Eid, Y. Tawk, and A. H. Ramadan, "A Slot Antenna for Non-invasive Detection of Blood Constituents Concentrations," in *2019 IEEE International Symposium on Antennas and Propagation and USNC-URSI Radio Science Meeting*, 7-12 July 2019 2019, pp. 1003-1004, doi: 10.1109/APUSNCURSINRSM.2019.8889278. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&number=8889278&ref=>
- [14] M. E. Gharbi, R. Fernández-García, and I. Gil, "Textile Antenna-Sensor for In Vitro Diagnostics of Diabetes," *Electronics*, vol. 10, no. 13, p. 1570, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2079-9292/10/13/1570>.
- [15] Y. Mahnashi, K. K. Qureshi, A. A. Al-Shehri, and H. Attia, "Design and Experimental Validation of a Noninvasive Glucose Monitoring System Using RF Antenna-Based Biosensor," *IEEE Sensors Journal*, vol. 23, no. 3, pp. 2856-2864, 2023, doi: 10.1109/JSEN.2022.3227382.
- [16] M. N. Hasan, S. Tamanna, P. Singh, M. D. Nadeem, and M. Rudramuni, "Cylindrical Dielectric Resonator Antenna Sensor for Non-Invasive Glucose Sensing Application," in *2019 6th International Conference on Signal Processing and Integrated Networks (SPIN)*, 7-8 March 2019 2019, pp. 961-964, doi: 10.1109/SPIN.2019.8711633. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&number=8711633&ref=>
- [17] B. Tlili, M. Asim, and R. Gadhaifi, "Non Invasive Glucose Detection with Rectangular Dielectric Resonator," in *2022 IEEE International Symposium on Antennas and Propagation and USNC-URSI Radio Science Meeting (AP-S/URSI)*, 10-15 July 2022

- 2022, pp. 1338-1339, doi: 10.1109/AP-S/USNC-URSI47032.2022.9887245. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=9887245&ref=>
- [18] M. Hofmann, M. Bloss, R. Weigel, G. Fischer, and D. Kissinger, "Non-invasive glucose monitoring using open electromagnetic waveguides," in *2012 42nd European Microwave Conference*, 29 Oct.-1 Nov. 2012, pp. 546-549, doi: 10.23919/EuMC.2012.6459152. [Online]. Available: <https://ieeexplore.ieee.org/stampPDF/getPDF.jsp?tp=&arnumber=6459152&ref=>
- [19] S. Nagae and A. Hirose, "Proposal Of Three-Port Dielectric Waveguide Probes For Human Blood Glucose Monitoring," in *IGARSS 2019 - 2019 IEEE International Geoscience and Remote Sensing Symposium*, 28 July-2 Aug. 2019, pp. 9188-9191, doi: 10.1109/IGARSS.2019.8897800.
- [20] J. Kim, A. Babajanyan, A. Hovsepian, K. Lee, and B. Friedman, "Microwave dielectric resonator biosensor for aqueous glucose solution," *Review of Scientific Instruments*, vol. 79, no. 8, p. 086107, 2008, doi: 10.1063/1.2968115.
- [21] A. E. Omer *et al.*, "Multiple-Cell Microfluidic Dielectric Resonator for Liquid Sensing Applications," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 5, pp. 6094-6104, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2020.3041700.
- [22] C. Hannachi, F. Deshours, G. Alquié, and H. Kokabi, "Assessment of Finger Fat Pad Effect on CSRR-Based Sensor Scattering Parameters for Non-Invasive Blood Glucose Level Detection," *Sensors*, vol. 23, no. 1, p. 473, 2023. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/23/1/473>.
- [23] A. A. Mohd Bahar, Z. Zakaria, M. K. Md. Arshad, A. A. M. Isa, Y. Dasril, and R. A. Alahnomi, "Real Time Microwave Biochemical Sensor Based on Circular SIW Approach for Aqueous Dielectric Detection," *Scientific Reports*, vol. 9, no. 1, p. 5467, 2019/04/02 2019, doi: 10.1038/s41598-019-41702-3.
- [24] H. Yue, Q. Zhao, S. Zhu, and J. Huang, "A Miniaturized Active Dual SIW Re-Entrant Resonators for High-Resolution and Ultra-low-Limit-Concentration Detection to Glucose Solutions," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, pp. 1-13, 2022, doi: 10.1109/TMTT.2022.3222420.
- [25] A. J. A. Al-Gburi, N. A. Rahman, Z. Zakaria, and M. F. Akbar, "Realizing the High Q-Factor of a CSIW Microwave Resonator Based on an MDGS for Semisolid Material Characterization," *Micromachines*, vol. 14, no. 5, p. 922, 2023. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2072-666X/14/5/922>.
- [26] S. Costanzo, "Non-Invasive Microwave Sensors for Biomedical Applications: New Design Perspectives," *Radioengineering*, vol. 26, pp. 406-410, 06/14 2017, doi: 10.13164/re.2017.0406.
- [27] G. Buonanno, A. Brancaccio, S. Costanzo, and R. Solimene, "Spectral Methods for Response Enhancement of Microwave Resonant Sensors in Continuous Non-Invasive Blood Glucose Monitoring," *Bioengineering*, vol. 9, no. 4, p. 156, 2022. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2306-5354/9/4/156>.
- [28] A. Ebrahimi, J. Scott, and K. Ghorbani, "Microwave reflective biosensor for glucose level detection in aqueous solutions," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 301, p. 111662, 2020/01/01/ 2020, doi: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2019.111662>.
- [29] A. H. Allah, G. A. Eyebe, and F. Domingue, "Fully 3D-printed Microfluidic Sensor Using Substrate Integrated Waveguide Technology for Liquid Permittivity Characterization," *IEEE Sensors Journal*, pp. 1-1, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3170507.
- [30] C. P. N. C. K. O. L. F. Chen, V. V. Varadan, and V. K. Varadan, "Microwave Theory and Techniques for Materials Characterization," in *Microwave Electronics*, 2004, pp. 37-141.
- [31] N. Dimension. DragonFly [Online]. Available: <https://www.nano-di.com/ame-dragonfly-ldm>
- [32] C. M. A. Brady, and M. McCann, *Fundamentals of Medicalsurgical Nursing*. Hoboken, NJ, USA: Wiley, 2013.
- [33] S. Y. Huang *et al.*, "Microstrip Line-Based Glucose Sensor for Noninvasive Continuous Monitoring Using the Main Field for Sensing and Multivariable Crosschecking," *IEEE Sensors Journal*, vol. 19, no. 2, pp. 535-547, 2019, doi: 10.1109/JSEN.2018.2877691.
- [34] R. Kumari, P. N. Patel, and R. Yadav, "An ENG resonator-based microwave sensor for the characterization of aqueous glucose," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 51, no. 7, p. 075601, 2018/01/29 2018, doi: 10.1088/1361-6463/aaa5c5.
- [35] V. Turgul and I. Kale, "Simulating the Effects of Skin Thickness and Fingerprints to Highlight Problems With Non-Invasive RF Blood Glucose Sensing From Fingertips," *IEEE Sensors Journal*, vol. 17, no. 22, pp. 7553-7560, 2017, doi: 10.1109/JSEN.2017.2757083.
- [36] Omkar, W. Yu, and S. Y. Huang, "T-Shaped Patterned Microstrip Line for Noninvasive Continuous Glucose Sensing," *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 28, no. 10, pp. 942-944, 2018, doi: 10.1109/LMWC.2018.2861565.
- [37] S. Harnsoongnoen and A. Wanthong, "Coplanar Waveguide Transmission Line Loaded With Electric-LC Resonator for Determination of Glucose Concentration Sensing," *IEEE Sensors Journal*, vol. 17, no. 6, pp. 1635-1640, 2017, doi: 10.1109/JSEN.2017.2652121.
- [38] A. E. Omer *et al.*, "Low-cost portable microwave sensor for non-invasive monitoring of blood glucose level: novel design utilizing a four-cell CSRR hexagonal configuration," *Scientific Reports*, vol. 10, no. 1, p. 15200, 2020/09/16 2020, doi: 10.1038/s41598-020-72114-3.
- [39] P. Mohammadi, A. Mohammadi, S. Demir, and A. Kara, "Compact Size, and Highly Sensitive, Microwave Sensor for Non-Invasive Measurement of Blood Glucose Level," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 14, pp. 16033-16042, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3075576.
- [40] A. H. Omidvar, A. Amanati Shahri, A. L. C. Serrano, J. Gruber, and G. Pamplona Rehder, "A Highly Sensitive Molecularly Imprinted Polymer (MIP)-Coated Microwave Glucose Sensor," *Sensors*, vol. 22, no. 22, p. 8648, 2022. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/1424-8220/22/22/8648>.
- [41] M. Zhang *et al.*, "Microfluidic microwave biosensor based on biomimetic materials for the quantitative detection of glucose," *Scientific Reports*, vol. 12, no. 1, p. 15961, 2022/09/24 2022, doi: 10.1038/s41598-022-20285-6.
- [42] E. Mansour, A. Allam, and A. B. Abdel-Rahman, "A novel approach to non-invasive blood glucose sensing based on a single-slot defected ground structure," *International Journal of Microwave and Wireless Technologies*, vol. 15, no. 1, pp. 32-40, 2023, doi: 10.1017/S1759078722000174.
- [43] X. Fu *et al.*, "NSRR Microwave Sensor Based on PLL Technology for Glucose Detection," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 71, no. 2, pp. 763-772, 2023, doi: 10.1109/TMTT.2022.3193696.
- [44] A. E. Omer, A. Hojjati-Firoozabadi, S. Gigoyan, S. Safavi-Naeini, and G. Shaker, "Non-Reciprocal Whispering-Gallery-Mode Resonator for Sensitive Blood Glucose Monitoring," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 71, pp. 1-12, 2022, doi: 10.1109/TIM.2022.3154823.
- [45] W. L. Clarke, D. Cox, L. A. Gonder-Frederick, W. Carter, and S. L. Pohl, "Evaluating clinical accuracy of systems for self-monitoring of blood glucose," (in eng), *Diabetes Care*, vol. 10, no. 5, pp. 622-8, Sep-Oct 1987, doi: 10.2337/diacare.10.5.622.



**Abdelhak Hamid Allah** received the B.Sc degree in electronic electrotechnic automatic and the M.Sc degree in automatic signal processing and industrial computing from Hassan 1st University. Morocco. in 2015 and 2017. respectively. In 2017. he joined the Mecanique Informatique Electronique Telecommunications (MIET) group. Faculty of Science and Technology. Serrat. Morocco. where he was a research assistant. He is currently pursuing the Ph.D. degree in electrical engineering at Université du Québec à Trois-Rivières. Quebec. Canada. His current research focuses on microwave components for sensing. He has been a laboratory and teaching assistant in the department of electrical and computer engineering at the Université du Québec à Trois-Rivières.



**Guy Ayissi Eyebe** received the M. Ing. Degree in electrical engineering from École de Technologie Supérieure de Montréal, Canada, in 2012. He received the Ph.D. Degree and did his post-doctorate internship in Université du Québec à Trois-Rivières, Canada in 2018, after joining the Telecoms Laboratory. He is associate professor in Université du Québec à Trois-Rivières in

Canada, professor in Université de Yaoundé I in Cameroon, lecturer in these two universities and in École de Technologie Supérieure de Montréal. His research interests include printed electronics (smart materials, microwave sensing approaches, printing techniques), sportive performance assessment and energy harvesting. His industrial experience covers electronics design, RF design and EMI/EMC for HVAC, telecoms and aerospace applications.



**Frédéric Domingue** received the B.Eng. and Ph.D. degrees in electrical engineering from the Ecole de Technologie Supérieure, Canada, in 2004 and 2008, respectively. In 2009, he joined the Department for Heterogeneous Integration on Silicon, CEA-LETI, France, as a Postdoctoral Fellow. He is currently Professor with the Electrical and Computer Engineering Department, Université du Québec à Trois-Rivières, Canada. He holds the Canada Research

Chair in Radio Frequency Technologies for Gas Detection. Prof. Domingue was the recipient of postgraduate scholarships (2004–2008) from the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and several distinctions and scholarships from the Quebec government.

# **Annexe E – Improved Fully 3D-printed Substrate-Integrated Waveguide Sensor for Liquid Mixtures Characterization**

Abdelhak Hamid Allah<sup>1</sup>, Guy Ayissi Eyebe<sup>1</sup>, Frédéric Domingue<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Electrical and Computer Engineering, Université du Québec à Trois-Rivières, Trois-Rivières, QC G9A 5H7, Canada

Article en préparation

# Improved fully 3D-printed substrate-integrated waveguide sensor for liquid mixtures characterization

Abdelhak Hamid Allah

Department of Electrical and Computer  
Engineering, Université du Québec à  
Trois-Rivières

Trois-Rivières, Canada  
abdelhak.hamid.allah@uqtr.ca

Guy Ayissi Eyebe

Department of Electrical and Computer  
Engineering, Université du Québec à  
Trois-Rivières

Trois-Rivières, Canada  
guy.ayissi.eyebe@uqtr.ca

Frédéric Domingue

Department of Electrical and Computer  
Engineering, Université du Québec à  
Trois-Rivières

Trois-Rivières, Canada  
frederic.domingue@uqtr.ca

**Abstract** — This paper introduces a new fully 3D-printed substrate-integrated waveguide (SIW) resonator sensor built to characterize the complex permittivity of the LUT (Liquid Under Test). The LUT alters the resonance characteristics of the sensor via a sample container positioned in the middle of the SIW cavity. In order to improve the sensitivity of the sensor, a metal sheath has been added around the sample container to increase the confinement of the E-field inside the LUT. The experimental measurements demonstrate the advantage of the proposed design and are in good agreement with the reference values. The compact sensor can be used in permittivity characterization in ISM applications.

**Keywords** — substrate-integrated waveguide (SIW), resonator, material characterization, 3D-printed, AME.

## I. INTRODUCTION

Liquids are characterized by their complex permittivity and permeability. The dielectric characterization of liquids is essential in many industrial applications, such as food quality, chemistry [1, 2], and medicine/biology [3]. In order to reduce LUT waste, microfluidic technology has been combined with many sensing techniques, such as enzymatic, electrochemical, optical, and microwave sensors [1, 4]. Microwave sensors are preferred due to their various advantages, such as their ability to penetrate all materials, non-contact, non-destructive character, etc. Generally, resonator-based microwave sensors can exhibit higher sensitivity than broadband and have several advantages, such as small size, robustness, low manufacturing cost, and compatibility with microfluidic and additive manufacturing technologies. Changes in the chemical properties of the LUT loaded on the sensor's sensitive area lead to the resonant response of the microwave sensor. These changes can be used to determine the sensing principle and complex permittivity of the LUT and affect the sensitivity, which is a critical indicator of sensor performance that must be maintained at a high level and improved to allow detection of the dielectric constant for minor changes in the LUT. However, the sensitivity improvement is associated with improving the E-field distribution and reducing the parasitic losses of the sensitive area where the LUT is loaded.

To date, different techniques have been proposed to improve the sensitivity of microwave microfluidic sensors. In [4], an ultra-high sensitivity microfluidic sensor based on a stepped impedance resonator (SIR) was proposed by applying the coupling capacitance suppression technique to eliminate the parasitic capacitance effect that affects the sensitivity. In [5], a meander slot technique in a complementary split ring resonator (CSRR) was adopted to enhance the E-field and improve the sensitivity. The

differential CSRR technique was used in [6, 7] to inhibit environmental factors' influences. Later, they combined the advantages of the differential and meander slot techniques [8] to minimize environmental factors and improve sensitivity. Recently, a substrate-integrated waveguide (SIW) re-entrant cavity sensor was developed to enhance sensitivity [9].

In most microwave microfluidic sensors, the E-field distribution in the LUT is typically two-dimensional, which does not allow for deeper penetration of the E-field into the LUT, which is considered a vital sensitivity degradation factor. To improve the sensitivity, this paper presents a high-sensitivity microfluidic SIW-based sensor with a sample container covered by a metal sheath, effectively increasing the LUT's E-field distribution. The use of SIW technology in implementing the microfluidic sensor provides an efficient solution in terms of quality factor and sensitivity, enabling the implementation of low-loss and cost-effective structures.

3D printing, also called additive manufacturing electronic (AME), was used for prototyping. It offers greater design freedom and allows simultaneous fabrication of all conductive/dielectric layers of the proposed sensor without post-processing, bonding, alignment, and coating steps used in conventional technologies such as printed circuit boards (PCB).

## II. DESIGN AND FABRICATION OF SIW-BASED SENSOR

The standard structure of the SIW-based microwave sensor consists of a circular SIW cavity with a dimension of ( $W_{sub} \times L_{sub} \times H_{sub}$ ) and a microfluidic sample container of a volume of ( $V_{LUT} = \pi(D_{in}/2)^2 H_{sc}$ ) embedded in the cavity. At the end of the SIW cavity circular patch, a microstrip feed line with dimensions ( $W_{feed} \times L_{feed}$ ) is added to perform the measurements. The sensor operates in the fundamental mode  $TM_{010}$  of the dominant mode  $TM_{mn0}$  in the circular SIW cavity mode. Their resonant frequency can be calculated by ( $f_0 = \mu_{mn} c / 2\pi r \sqrt{\epsilon_{r,sub} \mu_{r,sub}}$ ) [10], where  $\mu_{mn}$  is the root of the Bessel function,  $r$  is the effective radius of the SIW cavity, and  $\epsilon_{r,sub}$ ,  $\mu_{r,sub}$  are the permittivity and permeability of the dielectric material, respectively.

The presence of the LUT in the sample container disturbs the cavity E-field and shifts the resonant frequency  $f_0$ . Therefore, general expressions relating the change in resonant frequency to dielectric properties of the LUT are given by

$\Delta f_r/f_r = (\int_{V_{LUT}} \Delta \epsilon_{r,LUT} E_1 \cdot E_0 dv) / (\int_{V_c} \epsilon_{r,0} |E_0|^2 dv)$  [11]. Where  $\Delta f_r$  and  $\Delta \epsilon_{r,LUT}$  are the variation in the resonance frequency and LUT complex permittivity, respectively. While  $\epsilon_{r,0}$  represents the permittivity of free space. The subscripts  $E_0$  and  $E_1$  indicate the cavity's E-field when the sample container is in a no-loaded and loaded condition. And  $V_c, V_{LUT}$  represent the cavity and LUT sample volume, respectively.

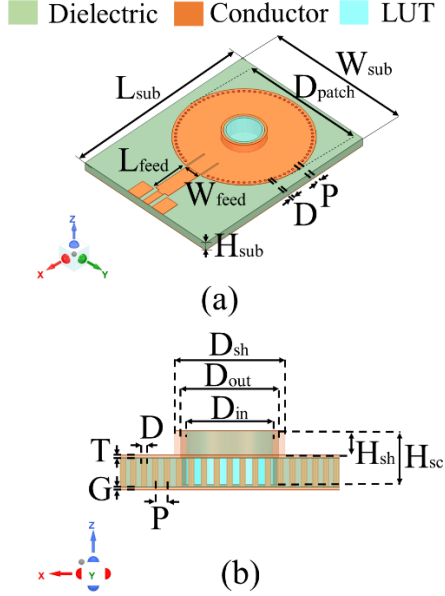


Fig. 1. The proposed optimized SIW-based sensor consists of both a 3D view (a) and a cross-sectional view (b). The geometric dimensions of the sensor, expressed in millimeters [mm], are as follows:  $L_{sub}=43.56$ ,  $W_{sub}=33$ ,  $H_{sub}=1.5$ ,  $D_{patch}=28$ ,  $L_{feed}=9$ ,  $W_{feed}=3.5$ ,  $D_{sh}=8$ ,  $D_{out}=7$ ,  $D_{in}=6$ ,  $H_{sh}=1.47$ ,  $H_{sc}=2.64$ ,  $T=G=0.03$ ,  $P=1.04$ ,  $D=0.5$ .

The LUT complex permittivity is given by [12] as  $\epsilon_{r,LUT} = \epsilon'_{r,LUT} - j\epsilon''_{r,LUT}$ , while  $\epsilon'_{r,LUT}$  and  $\epsilon''_{r,LUT}$  are real and imaginary parts of complex permittivity.  $f_0$  can be a function of  $\epsilon_{r,LUT}$  ( $f_0 = F(\epsilon_{r,LUT})$ ). This equation can be used to derive  $\epsilon_{r,LUT}$  by measuring  $f_0$  variation. According to the definition in [13], the relative sensitivity of LUT microfluidic sensors is given by  $S = |dF/d\epsilon_r|$ , with  $F = \Delta f_r/f_0$  representing the relative frequency shift. Since the designed sensor is used to characterize  $\epsilon_{r,LUT}$ , the requirements for accuracy and high sensitivity are higher. However, using a metal sheath that covers the sample container is an excellent method to improve the confinement of the E-field in the LUT, which is a critical point contributing to frequency shift and sensitivity improvement.

Fig. 1 shows the structure of the optimized proposed SIW-based sensor with the added metal sheath. While Fig. 2a and Fig. 2b demonstrate the effect of the metal sheath on the E-field amplitude distribution. As can be noticed, the metal sheath around the sample container operates as a waveguide tube under the SIW cavity, avoiding spurious radiation and allowing the E-field to penetrate deeper into the LUT.

The proposed sensor prototype was designed and simulated by Ansys HFSS and fabricated by the DragonFly™ 3D printer (Nano dimension, USA) [14]. The dielectric part of the proposed sensor is fabricated by an ultraviolet curable acrylic ink with relative dielectric permittivity  $\epsilon_{r,sub} = 2.77$ , loss tangent  $\tan \delta_{sub} = 0.012$  at 5.740 GHz. Moreover, the

conductive part of the sensor is printed with silver nanoparticle-based ink having metallic conductivity of  $11.2 \times 10^6$  S/m at 20 °C.

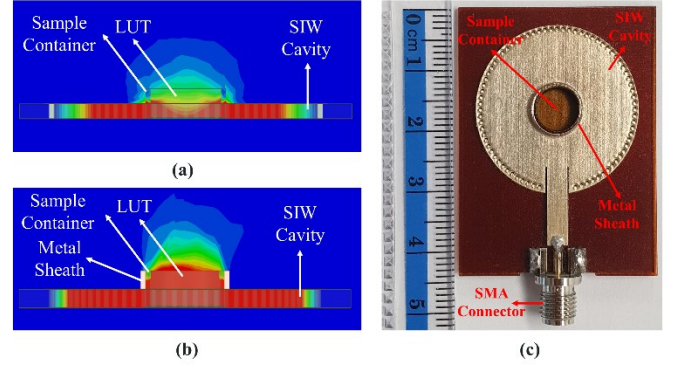


Fig. 2. (a) E-field amplitude distribution at the resonant frequency in the standard SIW-based sensor and (b) the proposed optimized SIW-based sensor (c) the fabricated optimized SIW-based sensor.

### III. EXPERIMENTAL AND VALIDATION RESULTS

Fig. 2c shows the fabricated optimized SIW-based sensor. In order to evaluate the sensor's performance, the Agilent N9928A VNA calibrated using Agilent Cal-kit 85521A was employed. Different LUT samples, consisting of binary ethanol-water mixtures, were injected into the sample container using a micropipette with a volume  $V_{LUT} = 74 \mu\text{L}$ . The reflection coefficient  $S_{11}$  measurements were conducted using the VNA and recorded for analysis. Fig.3 compares the simulated and measured values of  $S_{11}$  for the standard and optimized sensors when the sample container is empty. The variation observed between the measured and simulated  $S_{11}$  values could be attributed to manufacturing and SMA soldering tolerances. This analysis serves as a baseline for future investigations when the sensor is tested with various LUT samples.

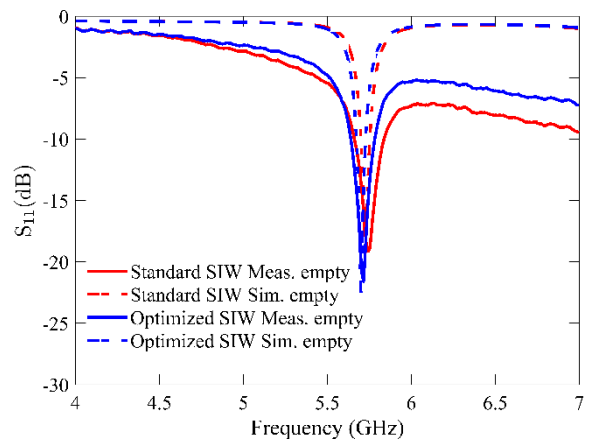


Fig. 3. Simulated and measured reflection coefficient  $S_{11}$  for the standard and the optimized SIW-based sensor.

In order to validate the capability of the proposed sensor to detect and characterize the complex dielectric permittivity  $\epsilon_{r,LUT} = \epsilon'_{r,LUT} - j\epsilon''_{r,LUT}$ , LUT samples of ethanol-water



mixture with a concentration ranging from 0% to 100% with a 10% size step was used. Fig. 4a illustrates the corresponding measurement of  $S_{11}$  for the proposed sensor, while Fig. 4b represents their extracted values of the resonant frequency  $f_0$  and the maximum attenuation  $|S_{11}|_{max}$ . From the curves, the variation of  $f_0$  and  $|S_{11}|_{max}$  is proportional to the mixture's ethanol concentration variation. As the ethanol concentration increases,  $f_0$  increases, and  $|S_{11}|_{max}$  decrease. The nonlinearity of  $f_0$  and  $|S_{11}|_{max}$  follow the nonlinearity of the dielectric properties of the mixtures [15].

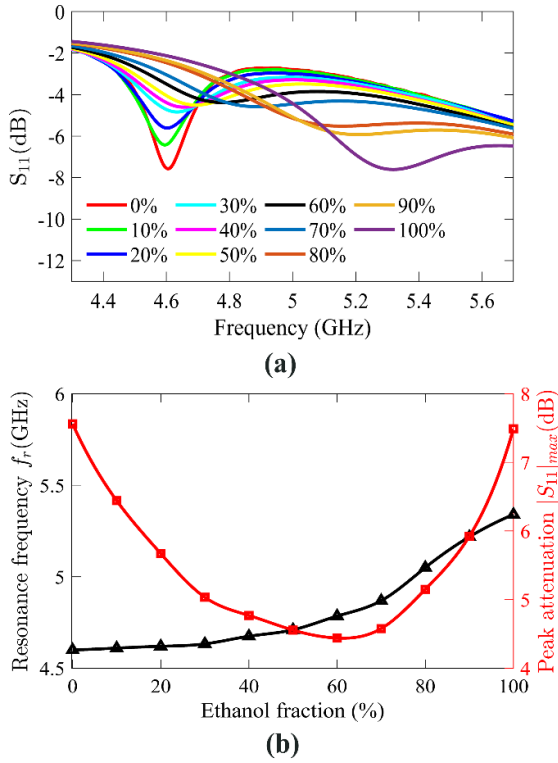


Fig. 4. Measured reflection coefficient  $S_{11}$  (b) extracted resonant frequency  $f_0$  and maximum attenuation  $|S_{11}|_{max}$  of the optimized SIW-based sensor.

The values of  $\epsilon'_{r,LUT}$  and  $\epsilon''_{r,LUT}$  are derived from the literature [15] at a frequency of 5.745 GHz and are given in Fig. 5. To describe the mathematical relationship between the variation of  $f_0$ ,  $|S_{11}|_{max}$ ,  $\epsilon'_{r,LUT}$  and  $\epsilon''_{r,LUT}$ . The matrix (1) is given as follows [4] :

$$\begin{bmatrix} \Delta f_0 \\ \Delta |S_{11}|_{max} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0.0068 & -0.0359 \\ 0.1144 & -0.1730 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta \epsilon'_{r,LUT} \\ \Delta \epsilon''_{r,LUT} \end{bmatrix} \quad (1)$$

In (1)  $\Delta f_0 = f_{0,LUT} - f_{0,ref}$ ,  $\Delta |S_{11}|_{max} = |S_{11}|_{max,LUT} - |S_{11}|_{max,ref}$ ,  $\Delta \epsilon'_{r,LUT} = \epsilon'_{r,LUT} - \epsilon'_{r,LUT,ref}$ ,  $\Delta \epsilon''_{r,LUT} = \epsilon''_{r,LUT} - \epsilon''_{r,LUT,ref}$ . The indices  $LUT$  and  $ref$ , define the LUT and the study's reference, respectively. A 50% ethanol concentration was chosen as the reference for our study. The values of  $\epsilon'_{r,LUT}$  and  $\epsilon''_{r,LUT}$  are obtained by inverting the matrix (1):

$$\begin{bmatrix} \Delta \epsilon'_{r,LUT} \\ \Delta \epsilon''_{r,LUT} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -58.9318 & 12.2208 \\ -38.9716 & 02.3024 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta f_0 \\ \Delta |S_{11}|_{max} \end{bmatrix} \quad (2)$$

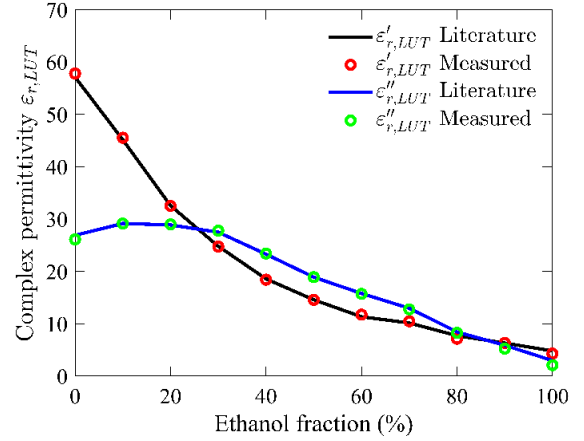


Fig. 5. Comparison of measured and actual values of complex dielectric permittivity  $\epsilon_{r,LUT}$ .

Fig. 5 compares the measured values obtained by (2) and the literature values of  $\epsilon'_{r,LUT}$  and  $\epsilon''_{r,LUT}$ . The proposed sensor presents a good agreement with the reference. This verifies the sensor's and mathematical models' abilities to accurately characterize the complex permittivity of LUT mixtures.

Finally, the detection sensitivity is utilized to compare the presented sensor performance to state-of-the-art, which is determined using the equation [4]  $\% S = (f_{0,LUT} - f_{0,empty}) / (f_{0,empty} (\epsilon'_{r,LUT} - \epsilon'_{r,AIR})) \times 100$ . Where  $f_{0,empty}$ ,  $f_{0,LUT}$ , and  $\epsilon'_{r,AIR}$ ,  $\epsilon'_{r,LUT}$  denote the resonant frequency and permittivity when the sample container is empty and loaded with LUT, respectively. The proposed sensor is compared in Table 1 based on the following parameters: resonant type, resonant frequency, sensor size, and sensitivity. Besides the novel fabrication process that allows for a compact sensor to be fabricated in a single step, the sensor exhibits high sensitivity due to its optimized structure.

Table 1. Comparison of the performance of the proposed SIW-based sensors with the literature.

Ref.	Res. type	$f_{0,empty}$ (GHz)	Size ( $\lambda_g \times \lambda_g$ )	Avg. S (%)
[1]	SIW	3.98	0.742×0.530	0.345
[16]	CSR	1.02	N/A	0.28
[12]	SRR	1.35	N/A	0.382
[4]	SIR	1.91	N/A	0.578
[17]	EBG	2.38	0.198×0.198	0.588
T.W Standard	SIW	5.715	0.6287×0.8298	0.793
T.W Optimized	SIW	5.745	0.6320×0.8342	1.232

#### IV. CONCLUSION

An ultra-high sensitivity, fully 3D-printed microwave microfluidic SIW-based sensor has been proposed to characterize the complex permittivity of LUT samples. A microfluidic sample container was constructed in the middle of the SIW cavity and was covered with a metal sheath to improve E-field confinement and detection sensitivity. The resonant frequency and the maximum attenuation were varied according to the LUT loaded in the sample container. By measuring this variation, the complex permittivity of the LUT is derived. The proposed sensor has been fabricated and experimentally tested. It demonstrated an average sensitivity of 1.232%, which is advantageous compared to literature sensors.

#### ACKNOWLEDGMENT

The authors would like to sincerely thank the Centre National Intégré sur le Manufacturier Intelligent (CNIMI), in collaboration with Nano Dimension USA Inc., for their invaluable support in the fields of materials and manufacturing.

Furthermore, the authors would like to express their heartfelt appreciation to the Tagnon Missihoun laboratory for providing them with the sensor test equipment.

#### REFERENCES

- [1] A. H. Allah, G. A. Eyebe, and F. Domingue, "Fully 3D-Printed Microfluidic Sensor Using Substrate Integrated Waveguide Technology for Liquid Permittivity Characterization," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 11, pp. 10541-10550, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3170507.
- [2] T.-K. Nguyen and C.-H. Tseng, "New Radio-Frequency Liquid Permittivity Measurement System Using Filter-Based Microfluidic Sensor," *IEEE Sensors Journal*, 2023.
- [3] M. E. Gharbi, R. Fernández-García, and I. Gil, "Textile Antenna-Sensor for In Vitro Diagnostics of Diabetes," *Electronics*, vol. 10, no. 13, p. 1570, 2021. [Online]. Available: <https://www.mdpi.com/2079-9292/10/13/1570>.
- [4] A. Ebrahimi, J. Scott, and K. Ghorbani, "Ultrahigh-Sensitivity Microwave Sensor for Microfluidic Complex Permittivity Measurement," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 67, no. 10, pp. 4269-4277, 2019, doi: 10.1109/TMTT.2019.2932737.
- [5] L. C. Fan, W. S. Zhao, D. W. Wang, Q. Liu, S. Chen, and G. Wang, "An Ultrahigh Sensitivity Microwave Sensor for Microfluidic Applications," *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 30, no. 12, pp. 1201-1204, 2020, doi: 10.1109/LMWC.2020.3029060.
- [6] J. Yu, G. Liu, Z. Cheng, Y. Song, and M. You, "Design of OCSRR-Based Differential Microwave Sensor for Microfluidic Applications," *IEEE Sensors Journal*, vol. 22, no. 22, pp. 21489-21497, 2022, doi: 10.1109/JSEN.2022.3211566.
- [7] W. J. Wu and W. S. Zhao, "A Differential THz/MW Sensor for Characterizing Liquid Samples Based on CSRs," *IEEE Sensors Journal*, vol. 23, no. 10, pp. 10429-10436, 2023, doi: 10.1109/JSEN.2023.3264878.
- [8] W. J. Wu, W. S. Zhao, D. W. Wang, B. Yuan, and G. Wang, "A Temperature-Compensated Differential Microstrip Sensor for Microfluidic Applications," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 21, pp. 24075-24083, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3115570.
- [9] Y. Chen, J. Huang, Y. Xiang, L. Fu, W. Gu, and Y. Wu, "A Modified SIW Re-Entrant Microfluidic Microwave Sensor for Characterizing Complex Permittivity of Liquids," *IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 13, pp. 14838-14846, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3074169.
- [10] D. M. Pozar, *Microwave engineering*. Fourth edition. Hoboken, NJ: Wiley, [2012] ©2012, 2012.
- [11] "Microwave Theory and Techniques for Materials Characterization," in *Microwave Electronics*, 2004, pp. 37-141.
- [12] A. Ebrahimi, W. Withayachumnankul, S. Al-Sarawi, and D. Abbott, "High-Sensitivity Metamaterial-Inspired Sensor for Microfluidic Dielectric Characterization," *IEEE Sensors Journal*, vol. 14, no. 5, pp. 1345-1351, 2014, doi: 10.1109/JSEN.2013.2295312.
- [13] K. Saeed, R. D. Pollard, and I. C. Hunter, "Substrate Integrated Waveguide Cavity Resonators for Complex Permittivity Characterization of Materials," *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 56, no. 10, pp. 2340-2347, 2008, doi: 10.1109/TMTT.2008.2003523.
- [14] N. Dimension, "DragonFly LMD," 2022. [Online]. Available: <https://www.nano-di.com/ame-dragonfly-ldm>.
- [15] J. Z. Bao, M. L. Swicord, and C. C. Davis, "Microwave dielectric characterization of binary mixtures of water, methanol, and ethanol," *The Journal of Chemical Physics*, vol. 104, no. 12, pp. 4441-4450, 1996, doi: 10.1063/1.471197.
- [16] W. J. Wu and W. S. Zhao, "A Differential THz/MW Sensor for Characterizing Liquid Samples Based on CSRs," *IEEE Sensors Journal*, pp. 1-1, 2023, doi: 10.1109/JSEN.2023.3264878.
- [17] K. S. L. Parvathi and S. R. Gupta, "Ultrahigh-Sensitivity and Compact EBG-Based Microwave Sensor for Liquid Characterization," *IEEE Sensors Letters*, vol. 6, no. 4, pp. 1-4, 2022, doi: 10.1109/LESENS.2022.3159800.