
Caractérisation RF sans contact des changements structurels de milieux organiques

Thi-Hong-Nhung Dinh¹, Stéphane Serfaty², Pierre-Yves Joubert¹

1. Centre de Nanosciences et de Nanotechnologies (C2N), CNRS,

Université Paris Sud, Université Paris Saclay, Bât. 220

F-91405 Orsay cedex

thi-hong-nhung.dinh@u-psud.fr ; pierre-yves.joubert@u-psud.fr

2. Systèmes et Applications des Technologies de l'Information et de l'Energie

(SATIE), CNRS, Université Cergy Pontoise

F-95000 Cergy-Pontoise cedex

stephane.serfaty@u-cergy.fr

RÉSUMÉ. Cet article présente la mise en œuvre d'une technique radiofréquence inductive sans contact, permettant de suivre de manière non invasive, l'évolution des propriétés diélectriques de milieux organiques représentatives des modifications structurelles subies. La technique est implantée pour suivre les modifications structurelles induites sur des œufs par marinade dans la saumure puis par traitement thermique, et la formation de yaourts par acidification de solutions lactées à température d'incubation contrôlée. Les résultats obtenus avec cette méthode inductive sans contact sont confrontés à des résultats fournis par des techniques conventionnelles invasives, et montrent la pertinence de la méthode pour la caractérisation diélectrique non invasive et bas coût de milieux organiques.

ABSTRACT. The paper reports on the implementation of an inductive RF sensing technique dedicated to the non-contact evaluation of the dielectric properties of organic materials. The contactless measurement technique is implemented for the dielectric monitoring of eggs and acidified milk solutions during jellification. The obtained results are compared to results provided by conventional invasive techniques and open the way to the development of easy-to-implement and non-invasive dielectric monitoring techniques of organic materials, with many prospects in agrifood as well as health monitoring.

MOTS-CLÉS : capteur inductif résonant, caractérisation diélectrique radiofréquence, capteur sans contact, mesure non invasive, milieu organique.

KEYWORDS: inductive resonant sensor, radiofrequency dielectric characterization, non-contact sensing, non invasive measurement, organic material.

DOI:10.3166/I2M.15.3-4.177-212 © 2016 Lavoisier

1. Introduction

Les milieux organiques sont des milieux hétérogènes composés d'éléments extrêmement variés, d'origine organique et minérale, des macromolécules et des matières insolubles, souvent immergés dans un milieu aqueux. Ce milieu complexe est constitué d'un grand nombre de composés polaires de tailles et de phases structurales différentes. Lorsque ces composés polaires sont soumis à un champ électrique sinusoïdal, chacun d'eux répond par un mouvement de même type mais dont l'amplitude et le déphasage dépend de la nature et de la taille du composé.

En régime harmonique, ces comportements microscopiques peuvent être exprimés par la permittivité complexe ε^* , qui traduit de manière macroscopique les propriétés diélectriques du milieu excité, vu comme un milieu homogène, linéaire et isotrope. Cette permittivité complexe est définie par rapport à la permittivité du vide ε_0 , selon :

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon'' \quad (1)$$

où $j = \sqrt{-1}$, où la partie réelle ε' (permittivité relative ou constante diélectrique) est associée à la capacité du milieu à emmagasiner de l'énergie électrique via la polarisation momentanée des composés polaires, et où la partie imaginaire ε'' est associée aux pertes globales de conduction et de déplacement momentané des charges liées (Gabriel *et al.*, 1996 ; Vander Vorst *et al.*, 2005). Ce dernier terme est lié à la conductivité électrique σ du milieu par la relation :

$$\varepsilon'' = \frac{\sigma}{\varepsilon_0 2\pi f} \quad (2)$$

dans laquelle f est la fréquence du champ électromagnétique d'investigation.

Ces propriétés diélectriques sont déterminées par la nature et la composition du milieu organique ; leur connaissance permet donc de remonter à des informations révélatrices du milieu. Pour ces raisons, la caractérisation diélectrique est considérée comme un outil particulièrement pertinent pour remonter à la nature et/ou de l'état des milieux organiques, dans de nombreux domaines scientifiques ou techniques tels que l'industrie agro-alimentaire (Jilani *et al.*, 2012 ; Ryynanen, 1995 ; Sosa-Morales *et al.*, 2010), l'industrie pharmaceutique ou cosmétique (Zhou, 2016), ou encore plus généralement le secteur de la santé (C. Gabriel *et al.*, 1996).

Par exemple, dans le domaine de l'agroalimentaire, les propriétés diélectriques sont exploitées pour suivre la qualité des produits alimentaires (Jilani *et al.*, 2012 ; Lizhi *et al.*, 2010 ; Ragni *et al.*, 2006), leur état d'intégrité au cours de la culture et de la maturation (Wenchuan Guo *et al.*, 2011) ou durant leur stockage (Luigi Ragni *et al.*, 2007 ; Sacilik et Colak, 2010). Ces propriétés sont également exploitées pour contrôler les effets des traitements électrothermiques couramment mis en œuvre dans les procédés de stérilisation ou de pasteurisation des produits alimentaires

(Sosa-Morales *et al.*, 2010 ; Venkatesh et Raghavan, 2004 ; Wang *et al.*, 2003). Par ailleurs, les propriétés diélectriques sont des indicateurs pertinents de l'état physiopathologique des tissus biologiques, et permettent le cas échéant d'établir un diagnostic de lésions tissulaires comme des inflammations, des brûlures, des tumeurs, etc. (Brusson *et al.*, 2014 ; Ha *et al.*, 2011 ; Haemmerich *et al.*, 2009 ; Heileman *et al.*, 2013 ; Marzec et Wachal, 1999 ; O'Rourke *et al.*, 2007 ; Zou et Guo, 2003).

Il est important de noter que les changements de l'état physicochimique et structurel des milieux organiques affectent aussi bien leur conductivité σ que leur permittivité relative ϵ' . Par exemple, il a été montré que l'apparition de lésions tumorales se traduit par la modification des deux termes de la permittivité complexe des tissus atteints (Gabriel *et al.*, 1996 ; Haemmerich *et al.*, 2003, 2009). En particulier, des variations relatives de plus de 70 % aussi bien sur la conductivité que sur la permittivité relative ont été relevés à 100 MHz lors de l'apparition de tumeurs dans les tissus mammaires (Cameron, 1991 ; O'Halloran *et al.*, 2009).

Par ailleurs, au cours du processus de gélification d'un œuf, il a été observé que les changements physicochimiques du milieu liés à la dénaturation des protéines contenues dans le blanc et le jaune de l'œuf s'accompagnent d'une diminution de la constante diélectrique et d'une augmentation de la conductivité (Bircan et Barringer, 2002). De façon équivalente, il a été relevé qu'un traitement thermique appliqué à un mélange contenant de l'amidon, du gluten et de l'eau provoquait une variation simultanée de la conductivité et de la permittivité relative du mélange au cours du processus de la gélification (Umbach *et al.*, 1992).

Afin d'être le plus sensible possible aux modifications structurelles des milieux organiques, le système de caractérisation diélectrique idéal doit donc exploiter une échelle d'investigation à laquelle les variations des pertes diélectriques et de la conductivité électrique d'une part, et la variation de la polarisabilité des charges liées et des macromolécules d'autre part, soient toutes deux significatives. Cette condition peut être déterminée en considérant l'angle de perte δ défini par :

$$\tan\delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} = \frac{\sigma}{\epsilon_0 \epsilon' 2\pi f} \quad (3)$$

Celui-ci met en jeu le rapport entre la partie imaginaire et la partie réelle de la permittivité complexe, et plus précisément entre les pertes diélectriques et l'énergie emmagasinée dans le milieu. L'équilibre entre ces deux termes est atteint lorsque $\tan\delta = 1$, ou encore lorsque la fréquence d'excitation, qui fixe l'échelle d'investigation, est telle que :

$$f = \frac{\sigma}{2\pi\epsilon_0\epsilon'} \quad (4)$$

De nombreuses méthodes de mesures diélectriques ont été développées pour caractériser les milieux organiques, en particulier dans le domaine des

radiofréquences (typiquement de 1 MHz à 1 GHz) et dans le domaine des micro-ondes (typiquement dans la bande 1GHz à 300GHz) (Chen *et al.*, 2004 ; Jha *et al.*, 2011 ; Jilani *et al.*, 2012). Parmi les techniques développées, celles qui s'appuient sur l'utilisation d'électrodes, de lignes de transmission, ou de sondes capacitatives sont largement utilisées pour caractériser des produits alimentaires, des cellules ou des tissus biologiques (Brusson *et al.*, 2014 ; Ha *et al.*, 2011 ; Haemmerich *et al.*, 2009 ; Heileman *et al.*, 2013 ; Lazebnik *et al.*, 2007 ; Marzec et Wachal, 1999 ; O'Rourke *et al.*, 2007 ; Luigi Ragni *et al.*, 2010 ; Zou et Guo, 2003). Toutefois, ces méthodes nécessitent l'utilisation de sondes qui opèrent par contact avec le milieu à caractériser, ce qui présente des inconvénients en termes de qualité et d'invasivité de la mesure (Chen *et al.*, 2004).

Pour s'affranchir de ces inconvénients, des techniques non-invasives reposant sur l'utilisation d'antennes inductives sans contact ont fait l'objet de nombreux travaux. En particulier, des techniques s'inspirant de l'imagerie RADAR opérant dans le domaine des microondes ont été explorées pour la caractérisation de milieux organiques, en particulier dans le cas de la détection de tumeurs dans les tissus. Ces techniques reposent sur une approche « en champ lointain » qui exploitent des fréquences de champ électromagnétique élevées (typiquement quelques dizaines de GHz). Compte tenu des valeurs de la permittivité complexe des tissus (typiquement $\sigma \approx 1$ S/m et $\epsilon' \approx 60$), ces fréquences conduisent à une valeur du facteur de perte telle que $\tan \delta \ll 1$. Pour cette raison, elles se révèlent sensibles à la permittivité du milieu mais insensibles à sa conductivité (Baran *et al.*, 2014 ; Fear et Sill, 2003 ; Hagness *et al.*, 1998).

Par ailleurs des techniques inductives « basses fréquences », souvent désignées sous le terme de « spectrométrie magnétique inductive », ont été développées pour caractériser les propriétés diélectriques complexes des milieux organiques dans une gamme de fréquences qui s'étend de quelques centaines de Hz à quelques dizaines de MHz (Zou et Guo, 2003). Ici, compte tenu des valeurs des propriétés diélectriques des milieux organiques considérés, les fréquences d'investigation choisies conduisent à un facteur de perte tel que $\tan \delta \gg 1$. En pratique, ces méthodes sont donc essentiellement sensibles aux variations de la conductivité électrique du milieu organique investigué, et restent insensibles à leur permittivité (Griffiths *et al.*, 1999 ; Heller et Feldkamp, 2009).

Pour être sensible aux propriétés diélectriques des milieux organiques (ceux-ci présentent classiquement une conductivité de l'ordre de 0,1 à quelques S/m, et une permittivité relative de l'ordre de 40 à 100), la bande radiofréquence (RF) qui s'étend de quelques dizaines de MHz à quelques centaines de MHz apparaît comme un choix pertinent car il permet de respecter la condition $\tan \delta \approx 1$. Dans cet article, nous nous intéressons à la mise en œuvre d'une technique inductive de caractérisation de milieux organiques, qui satisfait cette condition, et permet de remonter à l'estimation de la permittivité complexe du milieu investigué, avec une sensibilité équivalente à la conductivité et à la permittivité relative du milieu. Nous mettons en œuvre la technique de caractérisation sans contact proposée pour suivre

l'évolution des propriétés diélectriques de quelques milieux organiques auxquels que nous faisons subir des modifications structurelles.

L'article est organisé de la manière suivante. Nous présentons en section 2 le principe de la technique de caractérisation envisagée. En section 3, nous présentons le banc expérimental associé et montrons la pertinence du principe de mesure proposé sur un ensemble de liquides de propriétés diélectriques connues. En section 4, nous exploitons cette technique de mesure pour suivre les modifications structurelles d'un œuf, induites d'une part par marinade dans une solution salée, et d'autre part par traitement thermique. En section 5, nous nous intéressons au suivi diélectrique de la gélification du lait acidifié dans le processus de formation du yaourt. Enfin, nous concluons en section 6 sur la pertinence de la méthode de caractérisation diélectrique inductive utilisée.

2. Principe de la méthode de caractérisation diélectrique inductive sans contact

La technique de caractérisation diélectrique mise en œuvre ici repose sur l'utilisation d'une antenne inductive, exploitée en émission-réception, dont le champ magnétique rayonné induit la circulation de courants dans le milieu à caractériser. La dissipation et le stockage d'énergie électrique, liés respectivement aux courants de Foucault et aux courants de déplacement induits dans le milieu, dépendent de la répartition et de l'intensité de ces courants, elles-mêmes liées aux propriétés diélectriques du milieu. Par réciprocité, ces courants induits modifient le courant de source circulant dans l'antenne, et par suite, le bilan énergétique dans l'antenne. Ces effets peuvent être modélisés électriquement par une modification de l'impédance équivalente de l'antenne qui joue ainsi à la fois le rôle d'un émetteur et d'un capteur. A partir des variations de l'impédance de l'antenne couplée électromagnétiquement au milieu à investiguer, on cherche alors à remonter aux propriétés diélectriques du milieu.

2.1. Antenne inductive radiofréquence

Afin de disposer d'une sensibilité élevée, nous exploitons un dispositif permettant de générer un champ d'induction B d'intensité aussi élevée que possible tout en maintenant le courant d'excitation aussi faible que possible. Pour ce faire, nous exploitons un résonateur qui joue le rôle d'un amplificateur de champ magnétique, qui est excité à distance par une bobine (ou sonde) de contrôle parcourue par un courant de faible intensité (figure 1a). Le résonateur utilisé est un bracelet constitué de deux lignes de transmission micro-ruban recourbées, séparées par une fine couche diélectrique faibles pertes, et ouvertes par deux fentes diamétralement opposées (Gonord *et al.*, 1994). Cette configuration permet de constituer un résonateur à haute capacité d'émission et présentant une sensibilité élevée aux changements de champ électromagnétique. L'étude théorique de la résonance de ce type de dispositif est présentée dans (Gonord *et al.*, 1994) et

approfondie dans (Zhou, 2016). Cette étude permet notamment d'établir les conditions de résonance (fréquence, coefficient de qualité) du résonateur en fonction des caractéristiques du substrat utilisé et des éléments géométriques du cylindre résonant. La forme cylindrique permet de reboucler la ligne de transmission ainsi créée et de concentrer le flux magnétique au centre du cylindre. La distribution du champ magnétique ainsi confiné à l'intérieur du bracelet est relativement homogène, dès lors que l'on n'est pas à proximité immédiate des parois. Cette configuration procure une forte sensibilité de l'antenne au milieu diélectrique à caractériser placé à l'intérieur du bracelet, car toutes les lignes de champ générées traversent le milieu.

Les courants induits dans le milieu dépendent de ses propriétés diélectriques. Par réciprocité, les courants modifient le champ magnétique généré et, par suite, l'impédance du résonateur RF. En conséquence, la mesure de l'impédance du résonateur permet d'accéder aux propriétés diélectriques du milieu étudié. En pratique, l'impédance du résonateur est estimée à partir de la mesure de l'impédance mesurée aux bornes de la bobine de contrôle couplée électromagnétiquement au résonateur, à l'aide d'un analyseur de réseau muni d'un kit de mesure d'impédance.

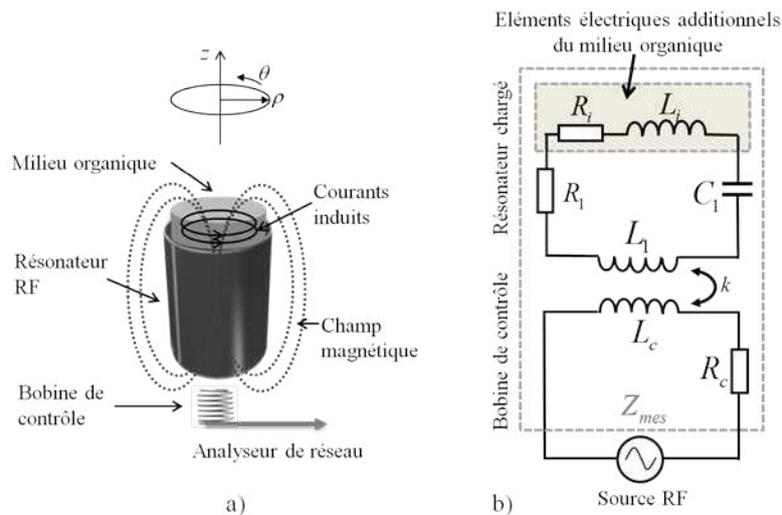


Figure 1. a) Constitution de l'antenne RF utilisée. b) Modélisation électrique équivalente de l'antenne RF chargée par un milieu organique

2.2. Modélisation électrique équivalente de l'antenne RF

A vide, le résonateur cylindrique peut être modélisé par un circuit équivalent à éléments électriques distribués, notés L_1 , R_1 , et C_1 . Quand ce résonateur est couplé avec un milieu organique, des éléments électriques additionnels R_i et L_i relatifs au milieu peuvent être ajoutés en série avec L_1 , R_1 , et C_1 dans le même circuit comme

présenté figure 1b (Darrasse et Ginefri, 2003 ; Ginefri *et al.*, 1999 ; Hoult et Richards, 1976 ; Wilkie-Chancellier *et al.*, 2011). Ces éléments électriques additionnels traduisent l'effet de l'énergie électromagnétique transférée au milieu organique, liée à ses propriétés diélectriques. Par ailleurs, l'impédance Z_c de la bobine de contrôle peut être modélisée par une résistance R_c et une inductance L_c (figure 1b). L'impédance de la bobine chargée, Z_{mes} , s'exprime alors par :

$$Z_{mes} = Z_c + \frac{C_1 k^2 L_c (L_1 + L_i) j\omega^3}{1 + C_1 (R_i + R_i) j\omega + C_1 (L_1 + L_i) (j\omega)^2} \quad (4)$$

où k est le coefficient de couplage entre la bobine de contrôle et le résonateur. Les éléments électriques du résonateur à vide peuvent être calculés théoriquement à partir des propriétés du substrat du résonateur et de sa géométrie (Gonord *et al.*, 1994). En pratique, un algorithme de minimisation tel que l'algorithme itératif de Gauss-Newton (Dennis et Moré, 1977) peut être utilisé pour ajuster le modèle (4) avec les valeurs expérimentales de Z_{mes} acquises dans une bande de fréquence B centrée sur la fréquence de résonance du capteur. A vide (R_i et L_i étant nuls), cette minimisation conduit à l'estimation de R_1 , L_1 et C_1 , connaissant Z_c (Masilamany *et al.*, 2014). En utilisant la même technique d'estimation lorsque le capteur est chargé par le milieu diélectrique, il est alors possible de déterminer en outre les paramètres R_i et L_i qui représentent le milieu organique.

2.3. Évaluation de conductivité et de la permittivité relative du milieu organique

Afin d'évaluer les paramètres diélectriques du milieu organique à partir de l'estimation des paramètres électriques équivalents R_i et L_i , nous considérons la puissance électromagnétique transmise par l'antenne au milieu.

Dans le volume du milieu organique, cette puissance s'exprime par (Pérez *et al.*, 2001) :

$$P = \int_{\text{milieu}} (\vec{E} \cdot \vec{J}) dv \quad (5)$$

où \vec{E} est le champ électrique et \vec{J} est la densité des courants induits dans le milieu organique. Si l'on considère les courants de déplacement et les courants de Foucault induits dans le milieu, il vient :

$$\vec{J} = (\sigma + j\varepsilon_0 \varepsilon' \omega) \vec{E} \quad (6)$$

En outre, si l'on considère que la distribution du champ magnétique dans le milieu organique est uniforme et orientée selon l'axe z (figure 1a) en raison de la géométrie du résonateur (Zhou, 2016), et en se souvenant que $\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}$, il vient :

$$\vec{J} = j\omega \frac{(\sigma + j\varepsilon_0 \varepsilon' \omega)}{2} \rho \vec{B} \quad (7)$$

où ρ représente la position le long de l'axe radial. Enfin, en intégrant (5) sur le volume du milieu organique à l'intérieur du cylindre et en utilisant l'équation (7) il vient :

$$P = (\sigma + j\varepsilon_0\varepsilon'\omega) \frac{\pi}{8} a^4 b \omega^2 \left| \vec{B} \right|^2 \quad (8)$$

où a et b représentent respectivement le rayon et la hauteur du résonateur bracelet. Par ailleurs, si l'on considère le modèle électrique du dispositif (figure 1b), on peut exprimer la puissance électrique transmise au milieu selon :

$$P = \frac{1}{2} Z_i |I|^2 \quad (9)$$

où $Z_i = R_i + j\omega L_i$ est l'impédance de charge représentant le milieu organique et I est le courant circulant dans le résonateur. Finalement, à partir de (8) et (9), il est possible de déduire l'expression de l'impédance induite Z_i telle que :

$$Z_i = (\sigma + i\varepsilon_0\varepsilon'\omega) \frac{\pi}{4} a^4 b \omega^2 \left| \frac{\vec{B}}{I} \right|^2 \quad (10)$$

Finalement, en séparant la partie réelle et la partie imaginaire de Z_i on peut exprimer la résistance équivalente R_i et l'inductance équivalente L_i du milieu selon :

$$R_i = \sigma \frac{\pi}{4} a^4 b \omega^2 \left| \frac{\vec{B}}{I} \right|^2 \quad \text{et} \quad L_i = \varepsilon_0\varepsilon' \frac{\pi}{4} a^4 b \omega^2 \left| \frac{\vec{B}}{I} \right|^2 \quad (11)$$

Or, selon le principe de réciprocité (Darrasse et Kassab, 1993 ; Lorrain *et al.*, 1988), il est possible de considérer que la grandeur $\left| \frac{\vec{B}}{I} \right|^2$ reste inchangée même si les propriétés diélectriques du milieu évoluent. En conséquence, étant donné que les propriétés géométriques a et b du résonateur ainsi que la fréquence de résonance sont connues, on peut déduire de (11) que la conductivité σ du milieu est proportionnelle à R_i et que la permittivité relative ε' du milieu est proportionnelle à L_i . Ces propriétés rendent l'estimation des paramètres diélectriques σ et ε' simples à effectuer à partir des valeurs estimées de R_i et L_i .

Toutefois, en pratique, si la grandeur $\left| \frac{\vec{B}}{I} \right|^2$ reste constante, elle n'est pas connue dans l'absolu. Il est donc nécessaire de procéder à une étape de calibration permettant de s'affranchir de la non-connaissance de ce terme. Cette calibration peut être effectuée en utilisant un milieu diélectrique de référence dont les propriétés diélectriques σ_{ref} et ε_{ref} sont connues, telle qu'une solution de chlorure de potassium (Nortemann *et al.*, 1997). Par ce moyen, les propriétés diélectriques d'un milieu inconnu peuvent se déduire de celles du milieu de référence en utilisant :

$$\sigma = \frac{R_i}{R_i^{ref}} \sigma_{ref} \quad \text{et} \quad \varepsilon' = \frac{L_i}{L_i^{ref}} \varepsilon'_{ref} \quad (12)$$

où R_i^{ref} et L_i^{ref} sont respectivement la résistance et l'inductance induites estimées lorsque la solution de référence (σ_{ref} , ε_{ref}) est placée dans le résonateur.

3. Mise en œuvre expérimentale

3.1. Dispositif expérimental

Dans cette étude, nous mettons en œuvre la technique de caractérisation diélectrique sans contact à l'aide d'un résonateur bracelet cylindrique constitué de deux bandes parallèles en cuivre séparées par une couche diélectrique à faible pertes (Cuflon) d'épaisseur 250 μm . Ce résonateur bracelet, noté RB_1 , présente un rayon $a = 2,0$ cm et une hauteur $b = 6,0$ cm. Ces paramètres confèrent au résonateur une fréquence de résonance $f_0 = 98$ MHz et un facteur de qualité supérieur à 800 à température ambiante (25°C). Ces propriétés ont été choisies de telle sorte que le facteur de pertes $\tan\delta$ soit proche de 1 pour les milieux organiques investigués dans cette étude. Le dispositif expérimental complet est représenté figure 2. Il se compose :

- d'une antenne RF, constituée d'un résonateur RF cylindrique et d'une bobine de contrôle associée,
- de l'échantillon diélectrique à mesurer, qui est placé dans un pilulier de verre placé à l'intérieur du résonateur cylindrique (sauf mention contraire),
- d'une chambre thermo-régulée dans laquelle sont placés l'antenne et l'échantillon à mesurer,
- d'un analyseur de réseau HP4195A muni d'un kit de mesure d'impédance HP41952A, qui permet la détermination directe de l'impédance de la bobine de contrôle dans la bande 100 kHz – 500 MHz.

Une bande de fréquences B de 20 MHz centrée autour de la fréquence de résonance de l'antenne est considérée. Dans cette bande, l'analyseur est tout d'abord calibré à l'aide d'une procédure « court-circuit, circuit ouvert et charge 50 Ω ». Ensuite, une procédure de compensation 0 Ω est appliquée afin de s'affranchir de l'impédance propre de la sonde de contrôle et de la connectique associée (Agilent, 2005). Le dispositif permet ainsi de mesurer directement l'impédance $Z_{mes}-Z_c$ (4).

À titre d'exemple, nous montrons figure 3 l'impédance complexe $Z_{mes}-Z_c$ obtenue à 25 °C dans la bande 98,2 MHz à 99,4 MHz lors de la mise en œuvre de l'antenne RF à vide puis chargée par un liquide diélectrique de référence. Il s'agit d'une solution de NaCl à 0,4 %, dont les propriétés diélectriques tabulées à 25 °C sont $\sigma_{ref} = 0,65$ S/m et $\varepsilon'_{ref} = 78$ (Peyman *et al.*, 2007). Nous constatons que l'impédance complexe mesurée est bien modifiée par la présence de la charge diélectrique placée dans le résonateur cylindrique. Par ailleurs, la figure 4 montre, en

module en phase, l'évolution de l'impédance complexe $Z_{mes}-Z_c$ à 25 °C en fonction de la fréquence, lorsque l'antenne est chargée. Nous pouvons observer la résonance proche de 98,8 MHz du résonateur chargé par le liquide diélectrique.

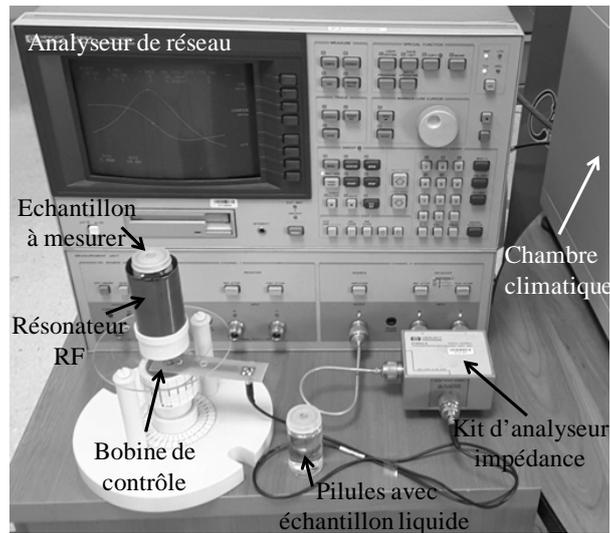


Figure 2. Dispositif expérimental (En pratique, la sonde RF et l'échantillon sont placés dans la chambre climatique, plutôt que devant l'analyseur de réseau)

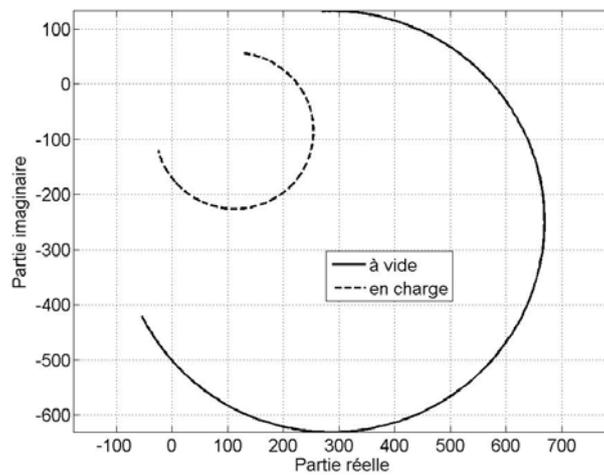


Figure 3. Impédance équivalente $Z_{mes}-Z_c$ mesurée pour l'antenne RF à vide et chargée un échantillon de solution NaCl à 0,4 % dans la bande 98,2 MHz à 99,4 MHz

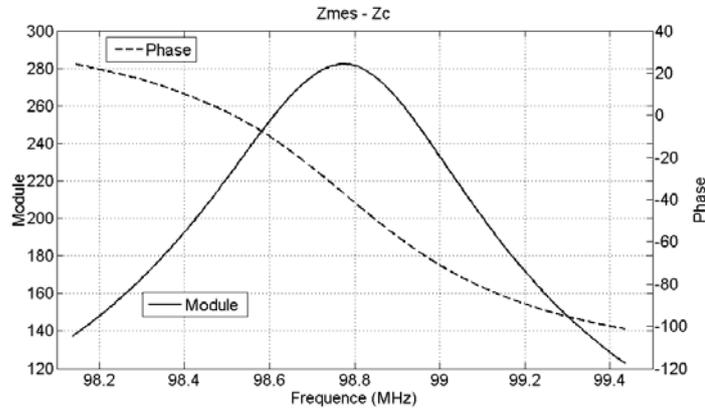


Figure 4. Évolution fréquentielle du module et de la phase de l'impédance $Z_{mes}-Z_c$ lorsque l'antenne est chargée par un échantillon de solution NaCl à 0,4 %

3.2. Estimation de R_i et L_i

En pratique, la mesure de l'impédance complexe $Z_{mes}-Z_c$ est faite sur 400 points de mesures acquis dans la bande 98,2 MHz – 99,4 MHz, et la mesure est répétée 10 fois avec repositionnement de l'échantillon. À partir de ces données de mesure, il est possible d'estimer les paramètres R_i et L_i de l'impédance induite dans l'antenne, selon la méthodologie évoquée au paragraphe 2.2, afin d'obtenir une image des propriétés diélectriques du milieu investigué.

Pour s'en convaincre, nous considérons ici quelques solutions diélectriques dont les propriétés sont connues, afin de valider la mise en œuvre de la méthode de caractérisation proposée. Les solutions considérées sont regroupées dans le tableau 1. Il s'agit de solutions salines de chlorure de potassium, de concentrations variables permettant d'obtenir des liquides de permittivité 80 et de conductivités variées, préalablement mesurées à l'aide d'un conductimètre. Par ailleurs différents solvants faiblement conducteurs mais présentant des permittivités variées tabulées dans la littérature sont également considérés.

Tableau 1. Paramètres diélectriques des solutions considérées

Solutions	Conductivité (S/m) (mesurée en DC)	Permittivité relative (tabulée)
Saline (KCl)	0,14 à 2,1	≈ 80
Acétone	$< 10^{-3}$	20,7
Ethanol	$< 10^{-3}$	24,5
Méthanol	$< 10^{-3}$	30
Acétonitrile	$< 10^{-3}$	37,5

À titre d'exemple, nous montrons les résultats obtenus à 98 MHz et à 25°C pour l'estimation de R_i pour les différentes solutions salines à la figure 5, et pour l'estimation de L_i pour les solvants de différentes permittivités à la figure 6. Dans les deux cas, nous notons que des relations linéaires sont obtenues entre R_i et la conductivité d'une part et L_i et la permittivité d'autre part, conformes à ce qui était attendu d'après l'équation (11). Ces premiers résultats expérimentaux confortent la validité de la méthode de caractérisation diélectrique exploitée ici.

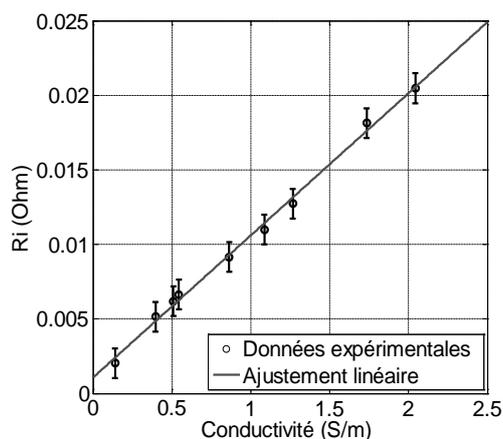


Figure 5. Estimation de R_i en fonction de la conductivité électrique de solutions salines de KCl de différentes concentrations à 98 MHz et à 25°C

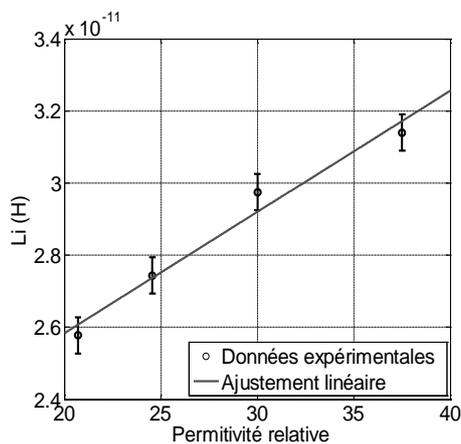


Figure 6. Estimation de L_i en fonction de la permittivité relative de différents solvants à 98 MHz et à 25°C

3.2. Données de calibration de l'antenne RF

Dans l'objectif de remonter à l'estimation quantitative des paramètres diélectriques σ et ε à partir des paramètres d'impédance estimés R_i et L_i , il est nécessaire de disposer de mesures de références afin de procéder à la calibration de l'antenne pour une température et une fréquence d'analyse données, comme cela est mentionné au paragraphe 2.3, équation (12). Pour ce faire, nous estimons les grandeurs R_i^{ref} and L_i^{ref} correspondant à la solution de référence de chlorure de potassium 0,4 % dont les propriétés diélectriques tabulées en fonction de la fréquence et de la température sont disponibles dans la littérature (Nortemann *et al.*, 1997). Par exemple, la mesure répétée 10 fois à 25°C autour de 98 MHz sur la solution de NaCl 0,4 % de propriétés $\sigma_{ref} = 0,65$ S/m et $\varepsilon'_{ref} = 78$, permet d'estimer les grandeurs de références $R_i^{ref} = 15,4$ m $\Omega \pm 1$ % et $L_i^{ref} = 5,54 \cdot 10^{-11}$ H ± 4 % respectivement. Ces grandeurs sont utilisées pour calibrer l'antenne selon la procédure mentionnée équation (12) pour des mesures à 98 MHz et 25°C. Nous procédons de même pour la calibration de l'antenne pour d'autres températures et d'autres fréquences d'analyse, le cas échéant.

4. Suivi des modifications structurelles de l'œuf

Dans cette partie, nous nous intéressons à la caractérisation diélectrique RF sans contact de l'œuf. Dans cette étude, l'œuf est utilisé comme un milieu organique de test, car il est relativement aisé de lui faire subir des modifications structurelles et d'en suivre l'évolution à travers la variation induite de ses propriétés diélectriques. En outre, la caractérisation sans contact proposée ici peut déboucher sur des applications intéressantes dans un contexte industriel agro-alimentaire. Grâce à sa forte teneur en vitamines, en minéraux et en protéines de haute qualité telles que les acides aminés essentiels, l'œuf constitue une source alimentaire humaine de première importance. Pour cette raison, sa consommation est largement répandue, et représente de l'ordre de 150 œufs de poule par personne et par an à l'échelle mondiale. L'œuf entre dans la constitution de nombreuses préparations alimentaires telles que les plats cuisinés, les pâtisseries, ou encore les sauces telles que la mayonnaise.

Le tableau 2 présente la composition typique du blanc, du jaune et de l'œuf de poule entier, ainsi que les propriétés diélectriques associées qui sont directement liées à cette composition (Bircan et Barringer, 2002 ; Guo *et al.*, 2007 ; Wang *et al.*, 2009). Dans 100 g de blanc d'œuf, on trouve par exemple 85 g d'eau, 10 g de protéines (dont 54 % correspond à de l'ovalbumine), et 5 g d'autres éléments parmi lesquels figurent notamment des lipides et des glucides. A température ambiante (25°C), la conductivité du blanc d'œuf est d'environ 0,71 S/m à 40 MHz (Wang *et al.*, 2009), tandis que la permittivité relative est de l'ordre de 75 dans la bande passante de 100-300 MHz. Le jaune d'œuf contient plus de graisses, moins d'eau et d'ions libres que le blanc, ce qui conduit à une conductivité et à une permittivité

réduites par rapport au blanc d'œuf. L'œuf entier occupe de manière logique une position intermédiaire du point de vue de ses propriétés diélectriques entre le jaune et le blanc (tableau 2).

Tableau 2. Composition des différentes parties d'un œuf (g/100g) et propriétés diélectriques associées

Partie de l'œuf	Eau	Protéines	Graisses	Autres	Conductivité (S/m)	Permittivité relative
Blanc	85	10	3	2	0,71	75
Jaune	48	16	34	2	0,32	51
Entier	73	13	12	2	0,52	69

Compte tenu de ces valeurs, l'exploitation du résonateur cylindrique de 98 MHz est adaptée à la caractérisation diélectrique sans contact de l'œuf. En effet, cette fréquence de résonance conduit à un facteur de pertes dans le milieu proche de 1 ($\tan\delta$ est compris entre 1,7 et 1,1 selon qu'il s'agit du blanc, du jaune ou de l'œuf entier) ce qui procure à l'antenne une sensibilité équivalente aux deux paramètres diélectriques recherchés. Toutefois, pour des raisons d'encombrement éventuel de l'échantillon à mesurer (un œuf entier présente un rayon de l'ordre de 2,5 cm) un résonateur de dimensions supérieures à celui qui est décrit au paragraphe 3.1 est éventuellement utilisé. Ainsi un résonateur bracelet cylindrique similaire au précédent, mais dont les dimensions sont supérieures (rayon $a = 2,6$ cm et de hauteur $b = 10$ cm) est considéré. Les dimensions de ce second résonateur, dénoté RB_2 , lui confèrent une fréquence de résonance à vide de 65 MHz. Cette fréquence conduit à un facteur de perte compris entre 1,7 et 2,6, ce qui reste satisfaisant vis-à-vis de la sensibilité aux deux paramètres diélectriques recherchés (Wang, 2017).

4.1. Suivi des modifications structurelles de l'œuf induites par immersion dans la saumure

L'immersion des œufs dans une saumure (solution saline) constitue un moyen de conservation traditionnel des œufs. Ce mode de conservation induit une salaison de l'œuf qui s'accompagne d'une modification structurelle. En effet, lors d'une immersion prolongée, le sel contenu dans la saumure pénètre par osmose à l'intérieur de l'œuf (figure 7).

La pénétration du sel s'accompagne d'une modification structurelle du jaune de l'œuf qui, perdant de l'eau, devient ferme et d'une couleur rouge-orangé ; la structure du blanc de l'œuf reste inchangée. En Asie, l'œuf ainsi conservé entre dans la composition de nombreux plats traditionnels comme ceux qui sont présentés

figure 8 (gâteau de la lune). Nous procédons ici au suivi de l'évolution des propriétés diélectriques d'œufs marinés de manière prolongée dans la saumure.

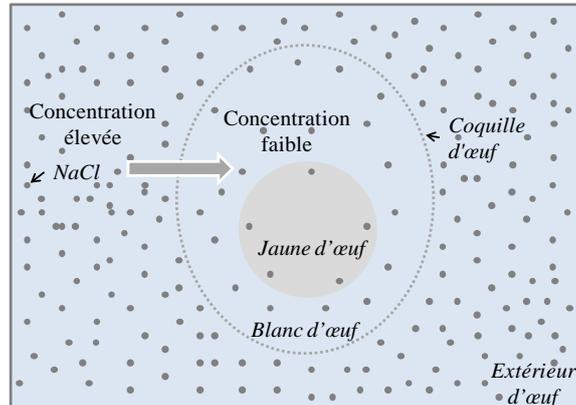


Figure 7. Pénétration du sel dans un œuf par osmose lors d'une immersion prolongée dans la saumure

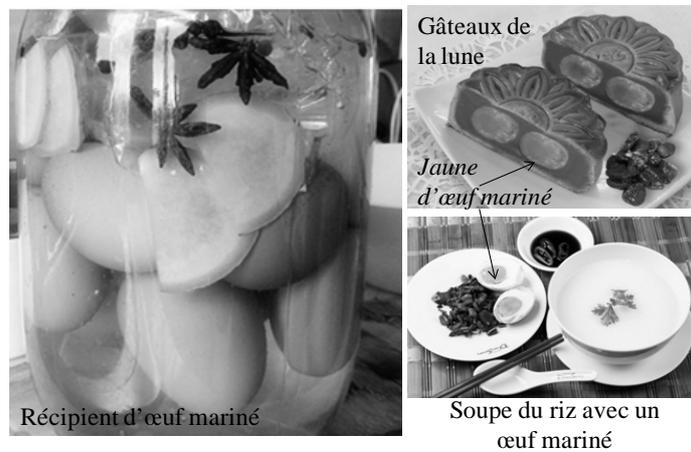


Figure 8. Œuf mariné et les exemples d'utilisation

4.1.1. Protocole expérimental

Une saumure est préparée avec une proportion de 250 g de sel versés dans un litre d'eau chaude, puis refroidie jusqu'à 25 °C. Des œufs pondus de deux semaines sont immergés dans cette saumure qui est stockée à température ambiante jusqu'à 30 jours. Afin d'effectuer le suivi des propriétés diélectriques des œufs marinés,

certain œufs sont prélevés dans cette préparation au bout de 10, 15 et 30 jours, et comparés à des œufs non marinés.

Parmi les échantillons prélevés, certains sont conservés intacts, placés à l'intérieur du résonateur bracelet RB_2 , et sont caractérisés à l'aide de la méthode RF sans contact à 65 MHz. Pour ce faire, une étape de calibration est effectuée à 65 MHz à l'aide d'une solution de NaCl à 0,4 % de référence versée dans une coquille d'œuf vide. Cette solution est adoptée afin que le volume du milieu diélectrique de référence utilisé et le milieu organique à caractériser soient identiques et qu'aucun biais d'origine volumique ne soit introduit lors de la calibration.

D'autres échantillons sont cassés afin d'extraire le jaune d'œuf d'une part, et le blanc d'œuf d'autre part, qui sont caractérisés séparément. Le jaune est caractérisé à l'aide du résonateur RB_2 à 65 MHz. La calibration est faite avec un échantillon de solution NaCl 0,4 %, dont le volume est approximativement identique à celui du jaune d'œuf concerné, et qui est versé, comme le jaune, dans une demi-coquille d'œuf pour mettre en œuvre la mesure. Par ailleurs, 30 g de blanc d'œuf sont utilisés pour remplir complètement un pilulier de verre qui est inséré à l'intérieur du résonateur bracelet RB_1 , et sont caractérisés à 98 MHz.

4.1.2. Résultats expérimentaux

Les évolutions de la conductivité et de la permittivité relative des blancs, des jaunes et œufs entiers marinés en fonction du temps d'immersion dans la saumure sont présentées figures 9 et 10, respectivement. Avant immersion (œuf frais, jour 0), on observe que la conductivité du blanc est supérieure à celle du jaune d'œuf et celle de l'œuf entier. La même chose peut être observée pour la permittivité relative. Ces différences sont conformes à ce qui a été établi en littérature (tableau 2) à l'aide de techniques de mesure diélectrique avec contact (Bircan et Barringer, 2002 ; Guo *et al.*, 2007).

En outre, on observe que la salaison de l'œuf par osmose a pour effet d'augmenter la conductivité électrique du blanc et de l'œuf entier (figure 9). Cette observation est conforme aux résultats présentés dans (Zhang *et al.*, 2013) qui montrent que la conductivité électrique du blanc et de l'œuf entier est proportionnelle à la concentration de sel dans ces milieux.

Par ailleurs, on observe que le jaune d'œuf se déshydrate et durcit au cours du temps d'immersion dans la saumure, et devient complètement solide au bout de 30 jours, comme le montrent les photos des échantillons prélevés de la figure 11. Il est établi que la déshydratation des milieux organiques augmente la concentration des matériaux solides, et induit une diminution de la permittivité relative du milieu (Jin *et al.*, 2015 ; Zhang *et al.*, 2013). La diminution significative de la permittivité du jaune d'œuf mariné observée dans nos travaux et présentée figure 10 (de 55 à 37 en 15 jours) traduit bien cette modification structurelle du jaune d'œuf. Cette

diminution n'est pas observée pour le blanc d'œuf qui reste liquide au cours de la marinade.

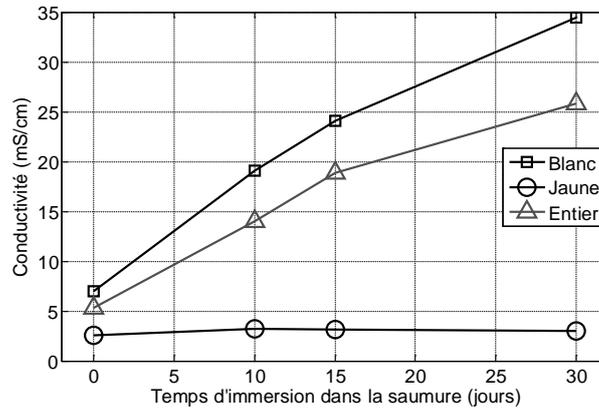


Figure 9. Variations de la conductivité de l'œuf mariné en fonction du temps d'immersion dans la saumure

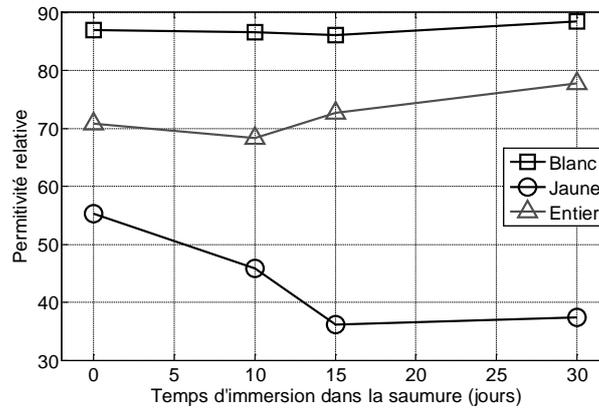


Figure 10. Variations de la permittivité relative de l'œuf mariné en fonction du temps d'immersion dans la saumure

Les résultats de caractérisation obtenus ici à l'aide de la technique inductive sans contact sont donc cohérents avec ceux qui sont rapportés dans la littérature.

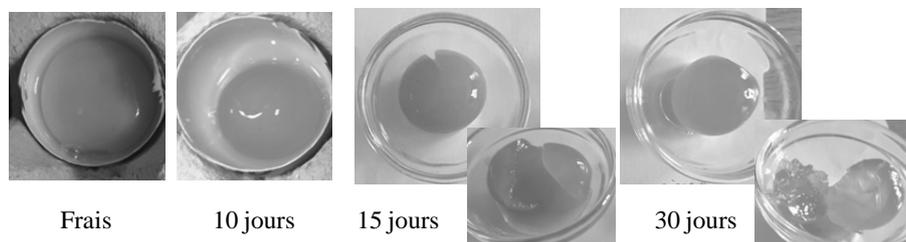


Figure 11. Vue de dessus de jaunes d'œuf marinés

4.2. Suivi des modifications structurales de l'œuf induites lors de la gélification par chauffage

Le chauffage d'un œuf conduit à sa gélification. Il modifie les protéines contenues dans le blanc et le jaune, et provoque la transition d'une structure fluide vers une structure viscoélastique-solide, dont la fermeté mécanique dépend du temps de cuisson (œuf « mollet », œuf « dur », etc.). L'étude des paramètres physiques de cette transition (effet de la température de gélification, fermeté du gel obtenu, capacité de rétention d'eau, ou évaluation des propriétés diélectriques du milieu en transformation) ont fait l'objet d'études présentées dans la littérature (Bircan et Barringer, 2002 ; Wang *et al.*, 2009 ; Zhang *et al.*, 2013). Ici, nous mettons en œuvre le suivi diélectrique RF sans contact de la gélification d'œufs induite par chauffage, et comparons les résultats expérimentaux à ceux qui ont été obtenus dans la littérature avec des méthodes conventionnelles.

4.2.1. Protocole expérimental

Dans cette étude, des œufs (pondus de 15 jours) et stockés à température ambiante (25 °C) sont utilisés. Les œufs entiers sont considérés, et des échantillons de blancs sont également préparés. Pour préparer ces échantillons, 30 g de blanc sont prélevés dans un œuf cassé et sont immédiatement versés dans un pilulier en verre adapté à l'utilisation du résonateur RB_1 résonnant à 98 MHz. Les échantillons de blancs ainsi préparés sont utilisés immédiatement pour l'expérience. Les œufs entiers sont placés quant à eux dans le résonateur RB_2 résonant à 65 MHz pour l'expérience.

À l'instant $t = 0$ min, l'échantillon considéré est placé à l'intérieur du résonateur choisi, puis l'antenne ainsi chargée est placée dans l'enceinte thermo-régulée préalablement stabilisée à une température de 60 °C. L'acquisition de l'impédance complexe induite $Z_{mes}-Z_c$ de l'antenne est immédiatement lancée et répétée toutes les minutes durant 10 heures, afin d'effectuer le suivi diélectrique en « temps réel » de la gélification de l'échantillon de blanc ou de l'œuf entier.

4.2.2. Résultats obtenus

À titre d'exemple d'acquisition, nous montrons figure 12 l'évolution de l'impédance complexe $Z_{mes}-Z_c$ mesurée entre $t = 0$ et $t = 180$ min, dans une bande de fréquence de 1,3 MHz centrée autour de la fréquence de résonance du résonateur RB_I chargé par un échantillon de blanc d'œuf. Nous remarquons une modification de l'impédance mesurée au cours du temps. À partir de cette impédance, les éléments d'impédance induite R_i et L_i sont calculés selon la procédure présentée au paragraphe 2.2, et par suite, les propriétés diélectriques de l'échantillon sont estimées après calibration à 25°C, comme présenté au paragraphe 2.3.

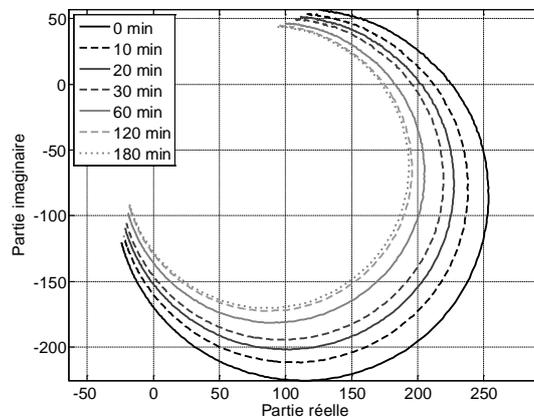


Figure 12. Changements d'impédance $Z_{mes}-Z_c$ pendant la gélification du blanc d'œuf (0 à 180 min). Les données présentées dans la bande passante 98,1 - 99,4 MHz

La figure 13 présente les évolutions de la conductivité et de la permittivité relative d'un échantillon de blanc d'œuf, et d'un œuf entier observées pendant la gélification entre $t = 0$ et $t = 600$ min. Pour ces deux échantillons, on constate une augmentation de la conductivité et une diminution de la permittivité relative. Pour le blanc d'œuf, la conductivité augmente de 49 % en passant d'une valeur de 0,63 S/m (état fluide à 25 °C) à une valeur de 0,94 S/m (état gélifié). La permittivité relative au contraire subit une décroissance de 52 %, en passant de 92 à 44. Ces changements peuvent être attribués à la fois à l'élévation de température que subit l'échantillon – qui passe de 25°C initialement à 60°C lorsqu'il séjourne dans l'enceinte thermo-régulée – et à l'effet de la gélification.

En effet, Wang *et al.* (2009) ont établi que la conductivité des blancs d'œufs liquides présentait une augmentation de 42 % à 40 MHz lorsque la température augmente de 20 °C à 60 °C (sans gélification). De même (Bircan et Barringer, 2002) ont constaté une augmentation de 22 % à 300 MHz pour le même changement de température. Par ailleurs, (Wang *et al.*, 2009) ont observé une décroissance de 22 %

de la permittivité relative tandis que la température augmente de 20 °C à 60 °C, sans gélification de blanc d'œuf.

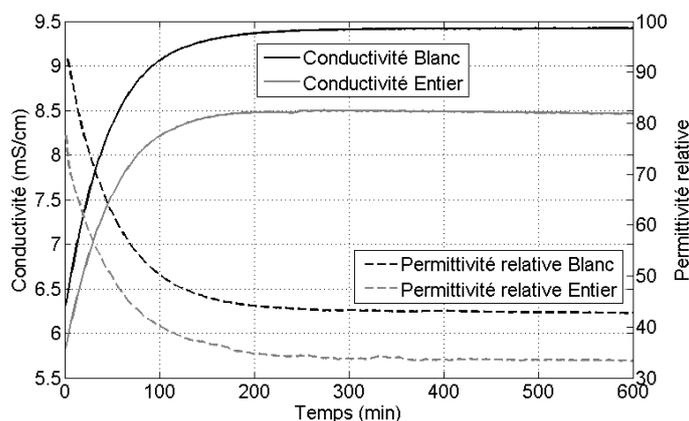


Figure 13. Variations des propriétés diélectriques en fonction du temps, observées lors de la gélification induite par chauffage à 60 °C d'un échantillon de blanc d'œuf

Par ailleurs, sous l'effet de la chaleur, les protéines se dénaturent, se lient avec les molécules d'eau, et forment par association avec d'autres constituants un réseau tridimensionnel qui constituent progressivement un gel. Pendant la gélification du blanc d'œuf, il a été rapporté que la permittivité relative diminue alors que la conductivité augmente (Wang *et al.*, 2009). Par conséquent, on peut conclure que les résultats obtenus dans cette étude sont cohérents avec ceux établis en littérature avec des sondes diélectriques de contact telles que rapportées dans (Bircan et Barringer, 2002 ; Wang *et al.*, 2009).

Dans notre étude, afin de séparer les effets de la température des effets de la gélification sur les variations des propriétés diélectriques des échantillons considérés, nous avons choisi de normaliser les propriétés diélectriques de l'échantillon mesurées par celles mesurées pour les solutions de références dans les mêmes conditions expérimentales.

Nous formons ainsi les rapports de conductivité et de permittivité tels que :

$$RC = \frac{\sigma_{\text{œuf}}}{\sigma_{\text{NaCl}}} \quad \text{et} \quad RP = \frac{\epsilon'_{\text{œuf}}}{\epsilon'_{\text{NaCl}}} \quad (13)$$

Dans lesquels $\sigma_{\text{œuf}}$ et $\epsilon'_{\text{œuf}}$ sont la conductivité et la permittivité relative de l'échantillon d'œuf, respectivement, et σ_{NaCl} et ϵ'_{NaCl} sont respectivement la conductivité et la permittivité relative d'une solution de référence de NaCl, mesurées

dans les mêmes conditions expérimentales. Les évolutions des grandeurs RC et RP en fonction du temps sont présentées figure 14.

On constate qu'au cours du temps, la variation de permittivité est plus élevée pour l'échantillon de blanc d'œuf ou d'œuf entier, que pour l'échantillon de NaCl. C'est pourquoi en effet, dans les deux cas, RP diminue de 1,2 à 0,6 et de 0,9 à 0,5 après 300 min. Il est donc possible de conclure que l'effet de gélification du blanc d'œuf est plus important que l'effet du changement de température sur la permittivité, du début à la fin du processus de gélification. En outre, la valeur de RP se stabilise à partir de $t = 300$ min, ce qui laisse entendre que le processus de gélification est terminé au bout de 300 min.

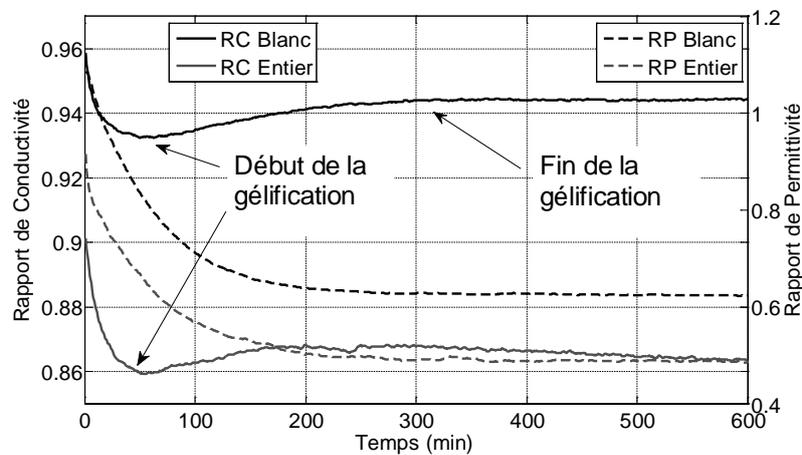


Figure 14. Variations des rapports de conductivité et des rapports de permittivité en fonction du temps pendant le chauffage des échantillons de 25°C à 60°C

D'autre part, on observe que le rapport de conductivité RC diminue de $t = 0$ à $t = 50$ min, ce qui signifie que l'effet du changement de température est supérieur à l'effet de la gélification dans cet intervalle de temps. Ensuite, pour $50 \text{ min} < t < 300$ min, RC augmente : la gélification elle a un effet plus important sur la conductivité que le changement de température, et la gélification a bien débuté dans cet intervalle de temps. Enfin, pour $t > 300$ min, on ne constate plus d'évolutions de RC et RP : la température a atteint sa valeur finale et le gel est complètement formé.

Ces interprétations sont appuyées par un suivi de l'évolution de la température intérieure d'un échantillon de blanc d'œuf placée dans l'enceinte thermo-régulée à 60 °C, associé à un suivi visuel de son état de gélification (effectué sur d'autres échantillons traités dans les mêmes conditions). Les résultats de ces suivis sont présentés dans le tableau 3. On constate que le blanc d'œuf commence effectivement à gélifier à partir de $t = 50$ min, et que le gel est complètement formé à $t = 300$ min.

De plus, on observe que la température intérieure de l'échantillon atteint sa valeur finale (58 °C) à $t = 110$ min. La croissance de RC jusqu'à 300 min est donc bien liée à la gélification.

Tableau 3. Température intérieur et vue de dessus d'un blanc d'œuf pendant la gélification à 60°C

0 min 25°C	30 min 52°C	50 min 55°C	110 min 58°C	200 min 58°C	300 min 58°C
					

Dans le cas de l'œuf entier, les conclusions sont approximativement les mêmes. Toutefois, on constate que RC ne se stabilise pas complètement après $t = 300$ min. Cette différence par rapport à la gélification du blanc peut s'expliquer par la présence du jaune dans l'œuf entier, dont la gélification est plus longue que celle du blanc. Toutefois cet effet est peu visible sur la conductivité dans la mesure où le jaune est globalement moins conducteur que le blanc.

Pour conclure, nous pouvons dire que la méthode proposée permet effectivement de suivre les modifications structurales de l'œuf induite par chauffage, à l'aide de la méthode proposée. Les résultats trouvés sont cohérents avec ceux présentés dans la littérature, et montrent le potentiel de la méthode utilisée pour des applications de suivi sans contact et non-invasives dans le domaine agro alimentaire. Dans la suite de cette étude, nous étudions le suivi diélectrique du changement structural du lait, induit par l'acidification, lors du processus de fabrication du yaourt.

5. Suivi de la formation de yaourts

Le yaourt est un produit alimentaire à base de lait fermenté très largement répandu, et dont la consommation mondiale est en forte progression. Il possède une forte valeur nutritive et constitue une composante essentielle dans l'alimentation recommandée pour tous les groupes d'âge. Le processus de gélification du lait par acidification est la première étape de la fabrication des yaourts. La gélification est obtenue par acidification du lait, qui est effectuée à l'aide des bactéries de culture (lait ribot) ou bien à l'aide d'acides dédiés tels que la glucono- δ -lactone (GDL). Pendant l'acidification du lait, un gel est formé par la déstabilisation des micelles de caséines (qui représentent environ 80 % des protéines dans le lait) qui s'agrègent pour former une structure en trois dimensions (figure 15). À pH 6,7-6,8, les micelles de caséine sont libres dans le lait. Lorsque le pH diminue jusqu'à pH 5,3 au cours de l'acidification, la charge négative des micelles de caséine diminue, ce qui réduit la

répulsion électrostatique des caséines. Les micelles ne se repoussent plus et ont tendance à s'agréger, ce qui amorce le processus de gélification. Lorsque l'acidification du lait atteint le point isoélectrique de la caséine (pH 4,6 où les interconnexions rendent le réseau plus uniforme et stable), le yaourt est formé et le gel obtenu consiste en un réseau tridimensionnel constitué de chaînes de caséines (Lucey *et al.*, 1999a). Les facteurs qui influent principalement sur la formation des yaourts sont la température d'incubation, la composition du lait, la dose d'agents acides. Dans l'industrie alimentaire, la formation de yaourts est en générale suivie *via* la mesure du pH ou des propriétés rhéologiques du mélange, effectuées à l'aide de sondes plongées dans le milieu (Xu *et al.*, 2008).

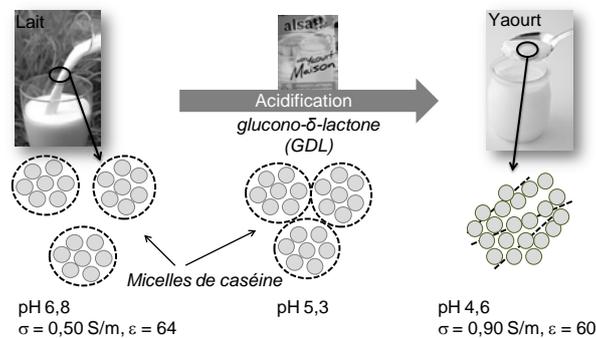


Figure 15. Formation de yaourts par acidification du lait

Les yaourts en formation constituent un milieu organique contenant une grande proportion de sels minéraux et de particules chargées, et dont les changements structurels prenant place au cours du processus de gélification ont a priori une influence significative sur ses propriétés diélectriques. En outre, l'acidification de la solution lactée favorise la mobilité des charges dans le milieu. La mesure de la conductivité effectuée par un conductimètre classique confirme cette tendance : en phase liquide la conductivité d'un lait écrémé est proche de 6,2 mS/cm, alors qu'en phase gel (yaourt) la conductivité atteint 9,5 mS/cm (Siefarth *et al.*, 2014 ; Zhu *et al.*, 2015). Pour ces raisons, nous avons choisi d'implanter la technique de caractérisation diélectrique inductive sans contact pour effectuer le suivi de la formation du yaourt.

5.1. Protocole expérimental

Dans cette étude, trois compositions différentes de lait de vache, notées type A, B et C, (tableau 4) sont utilisées pour la formation de yaourts. Le lait de type A est constitué de 10 % de poudre de lait écrémé commercial (PLE) diluée dans de l'eau déionisée. Le type B est constitué de 10 % de PLE diluée dans du lait demi-écrémé

commercial. Le type C est du lait demi-écrémé commercial non modifié. Les valeurs de références de la conductivité de ces échantillons sont obtenues en utilisant un conductimètre conventionnel.

Les échantillons de lait à l'état liquide sont soumis à un traitement thermique appliqué dans un bain-marie porté à 90°C pendant 10 min. Ensuite, ils sont refroidis immédiatement jusqu'à la température d'incubation souhaitée T_{inc} dans un bain d'eau fraîche. Différents agents d'acidification (GDL ou yaourts déjà formés) sont ajoutés dans les différents échantillons préparés, avec des doses variées (2, 13 ou 26 g/L de GDL ; 10 %, 15 % ou 20 % de yaourt déjà formé). Des piluliers de verre contenant 30 g des différentes solutions préparées sont placés tour à tour à l'intérieur du résonateur RF RB_1 résonnant à 98 MHz. Compte tenu des valeurs des paramètres diélectriques des solutions lactées et des yaourts formés (conductivités comprises entre 0,6 et 1,2 S/m et permittivités relatives comprises entre 50 et 60) cette fréquence d'analyse conduit à des facteurs de pertes dans les milieux constitués de l'ordre de $\tan \delta \approx 2$ ce qui est satisfaisant pour que le système soit sensible aux deux paramètres diélectriques recherchés (Wang, 2017).

Tableau 4. Composition de trois types de lait utilisés

Type	Protéines (g/L)	Calcium (g/L)	Glucose (g/L)	Graisse (g/L)	Conductivité (mS/cm)
A	32	1,2	48	0,8	6,2
B	64	2,4	96	16,8	8,6
C	32	1,2	48	16,8	5,7

L'ensemble antenne et échantillon est placé dans l'enceinte thermo-régulée pré-réglée à la température T_{inc} . La conductivité et la permittivité relative de l'échantillon considéré sont estimées durant toute la période d'incubation selon la technique instrumentale décrite aux paragraphes 2 et 3. Pour chaque expérience, au moins trois essais ont été effectués.

5.2. Validation avec les mesures du pH et de la conductivité

À titre d'exemple, nous montrons figure 17 les évolutions de la conductivité et de la permittivité d'une solution de lait de type A acidifié avec GDL 26 g/L, estimés durant 600 min d'incubation de l'échantillon à la température de 45°C. Nous ajoutons également dans ce graphique l'évolution de la conductivité mesurée à l'aide d'un conductimètre conventionnel sur un échantillon identique soumis aux mêmes conditions expérimentales, et donnons des indications de pH, également

mesurées sur un autre échantillon identique soumis aux mêmes conditions expérimentales.

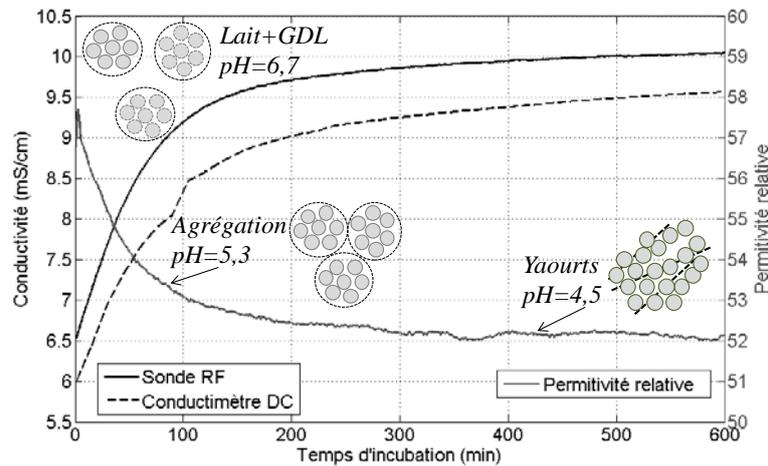


Figure 16. Evolution de la conductivité et permittivité relative pendant la formation de yaourt d'un échantillon de lait de type A (avec 26 g/L de GDL à 45°C)

Les changements de conductivité observés par la sonde RF et le conductimètre évoluent de manière similaire au cours de la gélification. La conductivité de l'échantillon de lait augmente de 6,5 mS/cm (solution de lait acidifiée) à 10,0 mS/cm (yaourt formé) après 10 heures d'incubation à 45°C. Nous observons également que la permittivité relative diminue de 58 à 52. Cette réduction peut s'expliquer par le fait que le yaourt formé est constitué d'un réseau tridimensionnel de chaînes de caséines, qui a réduit la quantité d'eau libre dans le milieu lors de sa gélification. En conséquence, la permittivité relative globale du milieu diminue. Ces résultats sont cohérents avec les résultats obtenus dans la littérature à l'aide de sondes conventionnelles de mesure diélectrique (Lucey Munro *et al.*, 1999 ; Xu *et al.*, 2008).

Il est courant de déterminer l'instant t_g d'amorçage de la gélification du yaourt à l'aide de la mesure de pH (Hirano *et al.*, 1998). La valeur de t_g varie sensiblement avec la composition du mélange lacté initial et du traitement thermique appliqué, comme le résume le tableau 5 élaboré à l'aide de données issues de la littérature ou bien de nos propres mesures. Pour comparer nos résultats avec les résultats obtenus dans la littérature dans des conditions expérimentales proches, l'instant de gélification t_g est pris à pH = 5,3 pour le lait type A, et à pH = 5,6 pour le lait de type B.

Tableau 5. Temps d'amorçage t_g de la gélification de yaourts

Échant. n°	Type de lait	Traitement du lait	Dose d'agent acidification	T _{inc} (°C)	pH à t_g	t_g min	Réf.
1	A	90 °C, 15 min	Culture bactéries 1 % poids	41	5,3	80	(Hirano <i>et al.</i> , 1998)
2	A	90 °C, 1 min	Yaourt 3 % en poids	45	5,3	90	(Xu <i>et al.</i> , 2008)
3	B	90 °C, 1 min	Yaourt 3 % en poids	45	5,6	95	
4	A	85 °C, 30 min	GDL 13 g/L	42	5,5	30	(Lucey Tamehana <i>et al.</i> , 1999)
5	A	85 °C, 30 min	GDL 13 g/L	30	5,3	100	
6	A	90 °C, 10 min	GDL 26 g/L	45	5,3	75	Cette étude
7	A	90 °C, 10 min	GDL 2 g/L	45	5,3	120	
8	B	90 °C, 10 min	GDL 2 g/L	45	5,6	240	
9	C	90 °C, 10 min	GDL 2 g/L	45	5,6	210	

Pour l'échantillon considéré dans la figure 16 (échantillon n°6 du tableau 5), le temps de gélification est $t_g = 75$ min, ce qui est cohérent avec les résultats obtenus sur l'échantillon n°1 étudié dans les travaux de (Hirano *et al.*, 1998). Par ailleurs, la modification des conditions expérimentales font apparaître une cinétique différente de la formation du yaourt. Par exemple, nous comparons la dynamique de gélification des échantillons n° 6 et n° 7 (tableau 5) qui sont constitués du même type de lait (type A) et soumis à la même température d'incubation (45 °C), mais acidifiés avec des doses de GDL différentes (26 g/L et 2 g/L respectivement). Nous constatons que les instants de gélification t_g des échantillons n° 6 et 7 passent de 75 min à 120 min respectivement pour atteindre le même pH = 5,3. De même, le suivi des échantillons n° 7, 8, et 9 montrent des instants t_g de valeur d'autant plus grande que les taux de protéines et de graisses contenues dans le mélange lacté initial sont importants. Dans la suite, nous présentons les cinétiques de gélification de yaourts observées par estimation des propriétés diélectriques fournies par la méthode de mesure inductive sans contact.

5.3. Cinétique de la formation de yaourt observée par l'antenne RF sans contact

Nous observons la cinétique de la formation de yaourt des échantillons lactés n° 7, 8, 9 (tableau 6) dans la figure 17. Ces échantillons sont préparés avec la même dose de GDL (2g/L, cf tableau 4), la même température d'incubation $T_{inc} = 45\text{ °C}$, mais des taux de protéines et de graisses différents. Nous observons clairement que la composition initiale du lait influe sur les valeurs initiales et sur la dynamique d'évolutions des propriétés diélectriques du milieu au cours de la gélification.

Tableau 6. Temps de gélification et temps de montée de la conductivité pour trois types de lait

Echantillon n°	Type de lait	Teneur en protéine (g/L)	Teneur en gras (g/L)	pH à t_g	t_g min	t_m min
7	A	32	0	5,3	120	298
8	B	64	16	5,6	240	424
9	C	32	16	5,6	210	374

En effet, si l'on compare les résultats obtenus lors du suivi des échantillons n°7 (lait de type A) et n°9 (lait de type C), il apparaît que l'augmentation du taux de graisses contenues dans le milieu fait chuter la conductivité et la permittivité relative de la solution acide initiale comme cela a été rapporté par (Zhu *et al.*, 2015). Par ailleurs, l'augmentation du taux de graisse de 0 g/L à 16 g/L ralentit significativement la dynamique de gélification (figure 17). En effet, le temps de gélification t_g augmente de $t_g = 120$ min à 210 min, et le temps de montée t_m de la conductivité (défini comme le temps nécessaire pour atteindre 10 % à 90 % de la valeur finale) augmente de $t_m = 298$ min à 374 min (tableau 6).

Par ailleurs, il est établi qu'une teneur importante en protéines de la solution lactée acidifiée initiale a pour effet d'accroître la valeurs des propriétés diélectriques du milieu (Fetahagic *et al.*, 2002). Ces résultats sont vérifiés dans notre étude si l'on compare l'évolution de la conductivité et de la permittivité relative des échantillons n° 8 (lait B) et n° 9 (lait C) présentés figure 17.

On observe effectivement des paramètres diélectriques plus élevés dans la solution initiale (mais aussi tout au long de la gélification) pour l'échantillon n°8 (lait B), qui se justifie par une teneur en protéine double de celle de l'échantillon n° 9 (lait C). La dynamique de gélification quantifiée par les valeurs de t_g et t_m apparaît également plus lente pour l'échantillon le plus riche en protéines (tableau 6).

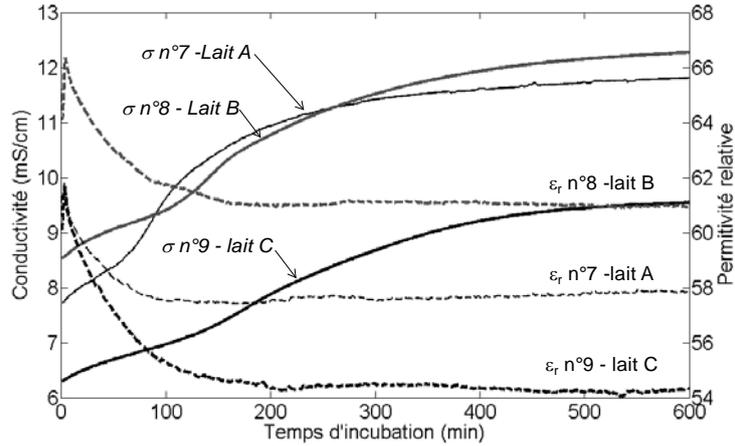


Figure 17. Evolution des propriétés diélectriques pendant la gélification de trois types de lait à $T_{inc}=45\text{ }^{\circ}\text{C}$, et pour 2 g/L de GDL

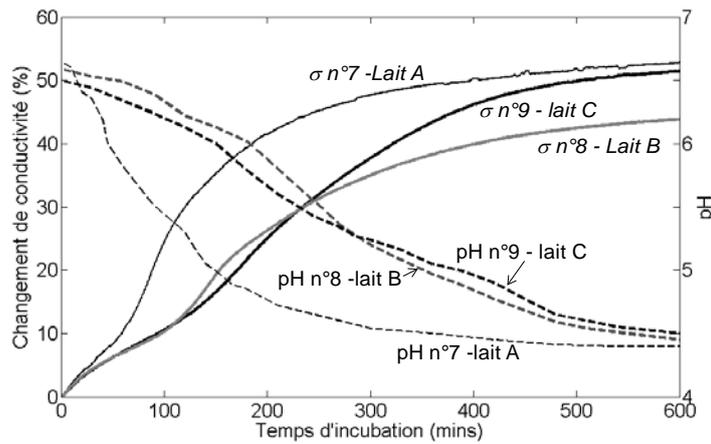


Figure 18. Changements relatifs de la conductivité et du pH pendant la gélification de trois types de lait à $T_{inc}=45\text{ }^{\circ}\text{C}$, et pour 2 g/L du GDL

Afin d'observer plus clairement la cinétique de la formation des yaourts réalisés avec les différents types de lait, nous représentons les variations relatives de la conductivité de ces trois échantillons exprimées en pourcentage dans la figure 18. En outre, nous traçons l'évolution du pH obtenus pour des échantillons identiques traités dans les mêmes conditions expérimentales. L'examen de la figure 18 fait apparaître clairement qu'un taux élevé de graisse ralentit la dynamique de gélification, de même qu'une forte teneur en protéines. Ces résultats sont conformes

à ce qui a été observé dans la littérature avec des sondes de contacts (Fetahagic *et al.*, 2002 ; Lucey Munro *et al.*, 1999).

5.4. Influence de la dose de d'agent acidification et de la température d'incubation

Dans cette partie, nous étudions l'influence des conditions expérimentales sur la gélification de différents échantillons de laits acidifiés, à travers l'analyse des variations de la conductivité. Les résultats expérimentaux obtenus pour des échantillons de yaourt formés dans des conditions expérimentales variées faisant intervenir différentes températures d'incubation ou différentes doses d'agent d'acidification sont présentés figure 19. On peut observer que les changements relatifs de la conductivité au cours de la gélification dépendent de la dose de d'agent acidification (figures 19a et 19b) et de la température d'incubation (figures 19c et 19d). Ces deux paramètres influent fortement sur la réaction et le comportement de l'interaction des particules colloïdales de lait.

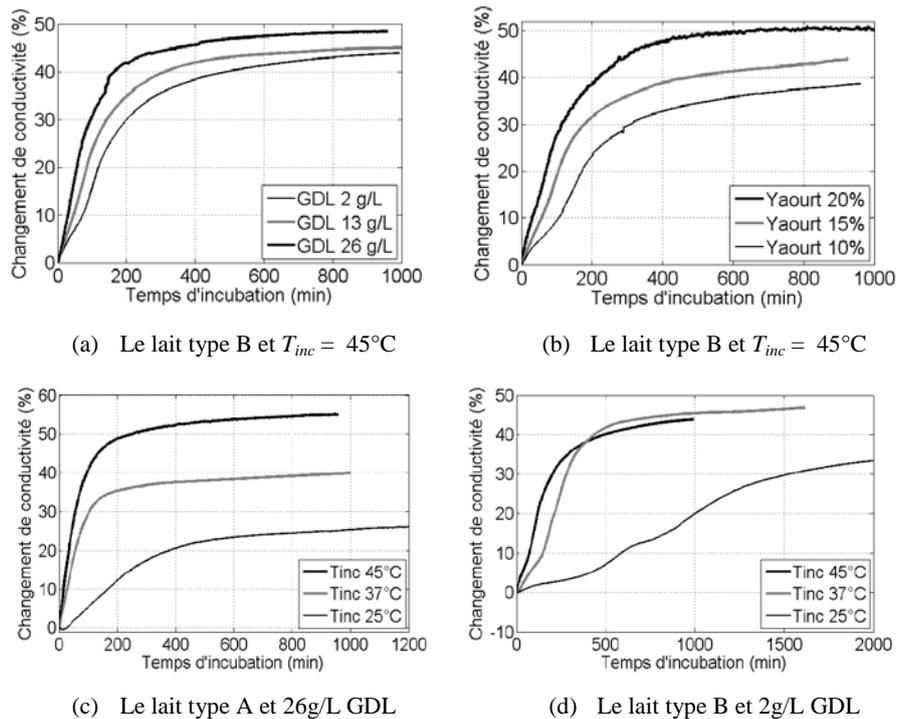


Figure 19. Influence de la dose d'agents d'acidification et de la température d'incubation sur la variation de la conductivité pendant la gélification

En effet, on remarque dans nos essais que lorsque la quantité d'agent d'acidification introduit dans le lait augmente, qu'il s'agisse de GDL (figure 19a) ou de yaourt préformé (figure 19b), pour un même type de lait (type B), la vitesse de formation du yaourt augmente. Ce phénomène est expliqué par une diminution de l'énergie d'activation de la réaction de gélification, lorsque la quantité d'agent d'acidification augmente : l'énergie d'activation de la gélification pour un échantillon avec 13 g/L de GDL est de 101 kJ/mol, mais seulement de 80 kJ/mol pour un échantillon avec 26 g/L de GDL (Ould-Ehssein *et al.*, 2006). Dans nos essais, nous constatons également que la vitesse de gélification est plus lente lorsque qu'elle est activée par ajout de yaourt préformé dans le lait, que lorsqu'elle est activée par du GDL.

De même, nous pouvons observer l'influence de la température d'incubation sur la dynamique de gélification. figures 19c et 19d, nous comparaisons la gélification d'échantillons de lait de type A (acidifié avec 26 g/L de GDL) et de lait de type B (acidifié avec 2 g/L de GDL), pour trois températures d'incubations allant de 25 °C à 45 °C. Il apparaît clairement que la vitesse de gélification est fortement liée à la température d'incubation quel que soit le type de lait utilisé. Des disparités fortes dans les dynamiques de gélification en fonction de la température apparaissent en particulier dans le cas de laits riches en graisses et en protéines, faiblement acidifiés (2 g/L de GDL).

Tableau 7. Synthèse de résultats de changement de la conductivité pendant la formation de yaourt dans des différentes conditions

Type de lait	T_{in} (°C)	GDL (g/L)	Temps de monté T_m (min)	σ_{max} (%)
A	45	26	178	54
		13	186	54
		2	298	54
	37	26	233	40
	25	26	703	27
B	45	26	329	49
		13	310	45
		2	424	46
	37	2	421	46
	25	2	1380	35
C	45	2	374	52
B	45	Y 10 %	441	38
		Y 15 %	333	43
		Y 20 %	290	50

Pour synthétiser les différentes dynamiques de gélifications, nous estimons les variations maximales de conductivité observées $\Delta\sigma_{max}$ et les temps de montées des variations associées t_m . Les grandeurs estimées lors du suivi de différents échantillons sont regroupées dans le tableau 7. De l'examen de ce tableau récapitulatif, nous pouvons tirer les conclusions générales suivantes :

- La dynamique de gélification est ralentie par une forte teneur en protéines et en graisses ;
- La dose d'agent acidification joue un rôle de déclencheur de la réaction, et d'accélérateur du processus de gélification ;
- La température d'incubation joue un rôle d'accélérateur de la gélification. Toutefois une température excessive ($> 45^\circ\text{C}$) risque d'annihiler le rôle de l'agent d'acidification.

Ces conclusions sont en accord avec les observations établies dans la littérature à partir de mesures faites avec des sondes de contact conventionnelles. Elles valident donc la pertinence de la méthode RF inductive sans contact.

6. Conclusion

Dans cette étude, nous avons mis en œuvre une antenne RF inductive sans contact résonnante pour la caractérisation diélectrique de milieux organiques. Les antennes utilisées sont des résonateurs de type bracelet à haut facteur de qualité, couplés à une sonde de contrôle distante. Cette configuration, associée à un choix de fréquence d'analyse permettant d'approcher la condition $\tan\delta=1$, assure une sensibilité optimale aux variations de la permittivité complexe du milieu investigué.

La structure cylindrique du résonateur permet d'investiguer l'échantillon à caractériser avec un couplage électromagnétique important, car l'ensemble de l'échantillon interagit avec la totalité des lignes du champ magnétique focalisé dans le volume délimité par le cylindre. En outre, la distribution uniforme du champ magnétique dans la quasi-totalité du volume de l'échantillon permet d'estimer, à partir des variations d'impédance induites dans l'antenne, et moyennant une étape de calibration, les valeurs de la conductivité et de la permittivité du milieu investigué.

Étant donné le volume de l'antenne utilisée, on peut considérer que l'investigation du milieu est effectuée à une échelle macroscopique, à laquelle le milieu est considéré comme isotrope, homogène et linéaire. Toutefois, ce sont bien des modifications structurelles du milieu opérant à l'échelle moléculaire qui sont observées à travers les modifications de la permittivité complexe macroscopique. La méthode de mesure proposée offre donc une sensibilité aux modifications microscopiques des milieux organiques.

Pour s'en convaincre, nous avons mis en œuvre la méthode de caractérisation diélectrique RF sans contact pour suivre les modifications structurelles d'un œuf provoquées par marinade dans la saumure, ou bien par traitement thermique. De

même, nous avons exploité cette méthode pour suivre l'évolution de la dynamique de gélification des yaourts en fonction des conditions expérimentales utilisées dans le processus de formation.

Dans tous nos essais, les résultats obtenus ont été comparés aux travaux disponibles dans la littérature, obtenus avec des sondes conventionnelles nécessitant un contact avec le milieu investigué, mais encore, le cas échéant, avec des techniques par contact mises en œuvre dans cette étude (conductimétrie conventionnelle, mesure de température et de pH). Dans tous les cas, les résultats obtenus sont en adéquation avec les études présentées dans la littérature, ce qui montre la pertinence de la technique RF inductive étudiée.

Cette étude pourra être complétée avec l'exploitation de résonateurs planaires plutôt que volumiques, dont l'intégration dans des dispositifs de monitoring non invasifs portables ou facilement implantables, ouvrira la voie à de nombreuses perspectives de caractérisation bas coût des milieux organiques, aussi bien dans le domaine de l'industrie agroalimentaire que dans le domaine de la santé et du bien-être.

Remerciements

Ce travail a bénéficié d'un support financier du LabEx LaSIPS (ANR-10-LABX-0040-LaSIPS) organisé par l'Agence nationale de la recherche dans le cadre du programme « Investissements d'avenir » (n°ANR-11-IDEX-0003-02).

Bibliographie

- Agilent (2005). *Agilent Basics of Measuring the Dielectric Properties of Materials. Operation and service manual*. doi:5989-2589EN
- Baran A., Kurrant D., Zakaria A., Fear E. et Lovetri J. (2014). Breast Imaging Using Microwave Tomography with Radar-Based Tissue-Regions Estimation. *Progress In Electromagnetics Research*, 149, August, p. 161-171.
- Bircan C. et Barringer S. A. (2002). Use of dielectric properties to detect egg protein denaturation. *The Journal of microwave power and electromagnetic energy: a publication of the International Microwave Power Institute*, vol. 37, n° 2, p. 89-96.
- Brusson M. Rossignol J., Binczak S., Laurent, G. et de Fonseca B. (2014). Assessment of Burn Depths on Organs by Microwave. *Procedia Engineering*, 87, p. 308-311. doi:10.1016/j.proeng.2014.11.669
- Cameron J. (1991). Physical Properties of Tissue. A Comprehensive Reference Book, *Medical Physics*, edited by Francis A. Duck, vol. 18, n° 4, p. 834. doi:10.1118/1.596734
- Chen L. F., Ong C. K., Neo C. P., Varadan V. V et Varadan V. K. (2004). *Microwave Electronics Measurement and Materials Characterization*, Published Online: 28 jan 2005.
- Darrasse L. et Ginefri J. C. (2003). Perspectives with cryogenic RF probes in biomedical MRI. *Biochimie*, vol. 85, n° 9, p. 915-937. doi:10.1016/j.biochi.2003.09.016

- Darrasse L. et Kassab G. (1993). Quick measurement of NMR-coil sensitivity with a dual-loop probe. *Review of Scientific Instruments*, vol. 64, n° 7, p. 1841-1844. doi:10.1063/1.1144020
- Dennis J. et Moré J. (1977). Quasi-Newton Methods, Motivation and Theory. *SIAM Review*, vol. 19, n° 1, p. 46-89. doi:10.1137/1019005
- Fear E. G. et Sill J. M. (2003). Preliminary investigations of tissue sensing adaptive radar for breast tumor detection. *Engineering in Medicine and Biology Society, Proceedings of the 25th Annual International Conference of the IEEE*, vol. 4, p. 3787-3790. doi:10.1109/IEMBS.2003.1280985
- Fetahagic S., Macej O., Djurddjevic J. D. et Jovanovic S. (2002). The influence of GDL concentration on milk pH change during acid coagulation. *Journal of Agricultural Sciences*, vol. 47, n° 1, p. 75-85.
- Gabriel C., Gabriel, S. et Corthout, E. (1996). The dielectric properties of biological tissues: {I. Literature} survey. *Physics in medicine and biology*, vol. 41, n° 11, p. 2231.
- Gabriel S., Lau R. W., Gabriel C. (1996). The dielectric properties of biological tissues: III. Parametric models for the dielectric spectrum of tissues. *Physics in Medicine and Biology*, vol. 41, n° 11, p. 2271-2293. doi:10.1088/0031-9155/41/11/003
- Ginefri J., Durand E. et Darrasse L. (1999). Quick measurement of nuclear magnetic resonance coil sensitivity with a single-loop probe with a single-loop probe, 4730, p. 10-12. doi:10.1063/1.1150142
- Gonord P., Kan S., Leroy-Willig A. et Wary C. (1994). Multigap parallel-plate bracelet resonator frequency determination and applications. *Review of Scientific Instruments*, vol. 65, n° 11, p. 3363. doi:10.1063/1.1144573
- Griffiths H., Stewart W. R., Gough W. (1999). Magnetic Induction Tomography. A Measuring System for Biological tissues.pdf. *Annals New York Academy of Sciences*, p. 335-345.
- Guo W., Trabelsi S., Nelson S. O. et Jones D. R. (2007). Storage effects on dielectric properties of eggs from 10 to 1800 MHz. *Journal of Food Science*, vol. 72, n° 5. doi:10.1111/j.1750-3841.2007.00392.x
- Guo W., Zhu X., Nelson S. O., Yue R., Liu H. et Liu Y. (2011). Maturity effects on dielectric properties of apples from 10 to 4500 MHz. *LWT - Food Science and Technology*, vol. 44, n° 1, p. 224-230. doi:10.1016/j.lwt.2010.05.032
- Ha S., Hamamura, M. J., Roeck, W. W., Hugg, J., Wagenaar, D. J., Meier, D., Nalcioglu, O. (2011). Feasibility study of a unilateral RF array coil for MR-scintimammography. *Physics in medicine and biology*, vol. 56, n° 21, p. 6809-6822. doi:10.1088/0031-9155/56/21/004
- Haemmerich D., Schutt D. J., Wright A. W., Webster J. G. et Mahvi D. M. (2009). Electrical conductivity measurement of excised human metastatic liver tumours before and after thermal ablation. *Physiological measurement*, vol. 30, n° 5, p. 459-466. doi:10.1088/0967-3334/30/5/003
- Haemmerich D., Staelin S. T., Tsai J. Z., Tungjitkusolmun S., Mahvi D. M. et Webster J. G. (2003). In vivo electrical conductivity of hepatic tumours. *Physiological measurement*, vol. 24, n° 2, p. 251-260. doi:10.1088/0967-3334/24/2/302

- Hagness S. C., Taflove A. et Bridges J. E. (1998). Two-dimensional FDTD analysis of a pulsed microwave confocal system for breast cancer detection: Fixed-focus and antenna-array sensors. *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, vol. 45, n° 12, p. 1470-1474. doi:10.1109/10.730440
- Heileman, K., Daoud, J. et Tabrizian, M. (2013). Dielectric spectroscopy as a viable biosensing tool for cell and tissue characterization and analysis. *Biosensors & Bioelectronics*, vol. 49, p. 348-359. doi:10.1016/j.bios.2013.04.017
- Heller J. et Feldkamp J. R. (2009). Auto-Tuned Induction Coil Conductivity Sensor for In-Vivo Human Tissue Measurements. *Measurement Science Review*, vol. 9, n° 6, p. 162-168. doi:10.2478/v10048-009-0027-1
- Hirano R., Hirano M., Oooka M. et Hatanaka K. (1998). Effects of lactoperoxidase on gelation properties of yogurt, *Food research international*, vol. 31, n° 1, Elsevier, Kidlington, Royaume-Uni.
- Hoult D. I. et Richards R. E. (1976). The Signal-to-Noise Ratio of the Nuclear Magnetic Resonance Experiment, *Journal Magn. Reson.*, vol. 24, n° 71, p. 71-85.
- Jha S. N., Narsaiah K., Basediya A. L., Sharma R., Jaiswal P., Kumar R. et Bhardwaj R. (2011). Measurement techniques and application of electrical properties for nondestructive quality evaluation of foods-a review. *Journal of Food Science and Technology*, vol. 48, n° 4, p. 387-411. doi:10.1007/s13197-011-0263-x
- Jilani M. T., Zaka M., Khan A. M., Khan M. T. et Ali S. M. (2012). A Brief Review of Measuring Techniques for Characterization of Dielectric Materials. *International Journal of Information Technology and Electrical Engineering (ITEE)*, vol. 1, n° 1, p. 1-5.
- Jin Y., Yang N., Duan X., Wu F., Tong, Q. et Xu, X. (2015). Determining total solids and fat content of liquid whole egg products via measurement of electrical parameters based on the transformer properties. *Biosystems Engineering*, 129, p. 70-77. doi:10.1016/j.biosystemseng.2014.09.017
- Lazebnik M., McCartney L., Popovic D., Watkins C. B., Lindstrom M. J., Harter J., Hagness S. C. (2007). A large-scale study of the ultrawideband microwave dielectric properties of normal breast tissue obtained from reduction surgeries. *Physics in medicine and biology*, vol. 52, n° 10, p. 2637-56. doi:10.1088/0031-9155/52/10/001
- Lizhi H., Toyoda K. et Ihara I. (2010). Discrimination of olive oil adulterated with vegetable oils using dielectric spectroscopy. *Journal of Food Engineering*, vol. 96, n° 2, p. 167-171. doi:10.1016/j.jfoodeng.2009.06.045
- Lorrai, P., Corson D. R. et Lorrian F. (1988). *Electromagnetic Fields And Waves: Including Electric Circuits*. Repéré à file:///Users/Brian_Caudle/Documents/Papers/1988/Lorrian/1988 Lorrian.pdf \npapers: //75088281-f09c-4e77 -b8c2-14041f4545f6/Paper/p708
- Lucey J.A., Munro P. A. et Singh H. (1999). Effects of heat treatment and whey protein addition on the rheological properties and structure of acid skim milk gels. *International Dairy Journal*, 9, p. 275-279.
- Lucey J. A., Tamehana M., Singh H. et Munro P. A. (1999). A comparison of the formation, rheological properties and microstructure of acid skim milk gels made with a bacterial

culture or GDL. *Food Research International*, vol. 31, n° 2.

- Marzec E. et Wachal K. (1999). The electrical properties of leg skin in normal individuals and in patients with ischemia. *Bioelectrochemistry and Bioenergetics*, vol. 49, n° 1, p. 73-75. doi:10.1016/S0302-4598(99)00057-4
- Masilamany G., Joubert P.-Y., Serfaty S., Roucaries B. et Le Diraison Y. (2014). Radiofrequency inductive probe for non-contact dielectric characterization of organic medium. *Electronics letters*, 6, p. 1-2. doi:10.1049/el.2014.0558
- Nortemann K., Hilland, J. et Kaatze, U. (1997). Dielectric Properties of Aqueous NaCl Solutions at Microwave Frequencies. *Journal of Physical Chemistry A*, vol. 101, n° 1, p. 6864-6869. doi:10.1021/jp971623a
- O'Halloran M., Conceicao, R. C., Byrne, D., Glavin, M. et Jones, E. (2009). FDTD Modeling of the breast: a review. *Progress In Electromagnetics Research B*, 18, p. 1-24. doi:10.2528/PIERB09080505
- O'Rourke A. P., Lazebnik M., Bertram J. M., Converse M. C., Hagness S. C., Webster J. G. et Mahvi, D. M. (2007). Dielectric properties of human normal, malignant and cirrhotic liver tissue: in vivo and ex vivo measurements from 0.5 to 20 GHz using a precision open-ended coaxial probe. *Physics in medicine and biology*, vol. 52, n° 15, p. 4707-19. doi:10.1088/0031-9155/52/15/022
- Ould-Ehssein C., Serfaty S., Griesmar P., Le Huérou J.-Y., Caplain E., Martinez L., Gindre M. (2006). Ultrasonic monitoring of yoghurt formation by using AT-cut quartz: lighting of casein micelles interactions process during the acidification. *Ultrasonics*, 44 Suppl 1, e875-9. doi:10.1016/j.ultras.2006.05.034
- Pérez J.-P., Carles R. et Fleckinger R. (2001). *Electromagnétisme - Fondements et applications* (Elsevier-M).
- Peyman A., Gabriel C. et Grant E. H. (2007). Complex permittivity of sodium chloride solutions at microwave frequencies. *Bioelectromagnetics*, vol. 28, n° 4, p. 264-274. doi:10.1002/bem.20271
- Ragni L., Al-Shami A., Mikhaylenko G. et Tang J. (2007). Dielectric characterization of hen eggs during storage. *Journal of Food Engineering*, vol. 82, n° 4, p. 450-459. doi:10.1016/j.jfoodeng.2007.02.063
- Ragni L., Cevoli C. et Berardinelli A. (2010). A waveguide technique for non-destructive determination of egg quality parameters. *Journal of Food Engineering*, vol. 100, n° 2, p. 343-348. doi:10.1016/j.jfoodeng.2010.04.020
- Ragni L., Gradari P., Berardinelli A., Giunchi A. et Guarnieri A. (2006). Predicting Quality Parameters of Shell Eggs using a Simple Technique based on the Dielectric Properties. *Biosystems Engineering*, vol. 94, n° 2, 255-262. doi:10.1016/j.biosystemseng.2006.03.003
- Ryynanen S. (1995). The Electromagnetic Properties of Food Materials : A Review of the Basic Principles, *Journal of Food Engineering*, 26, p. 409-429.
- Sacilik K. et Colak A. (2010). Determination of dielectric properties of corn seeds from 1 to 100 MHz. *Powder Technology*, 203, n° 2, p. 365-370. doi:10.1016/j.powtec.2010.05.031
- Siefarth C., Tran, T. B. T., Mittermaier, P., Pfeiffer, T. et Buettner, A. (2014). Effect of Radio

- Frequency Heating on Yoghurt, I: Technological Applicability, Shelf-Life and Sensorial Quality. *Foods*, 3, p. 318-335. doi:10.3390/foods3020318
- Sosa-Morales M. E., Valerio-Junco L., López-Malo A. et García H. S. (2010). Dielectric properties of foods: Reported data in the 21st Century and their potential applications. *LWT-Food Science and Technology*, vol. 43, n° 8, p. 1169-1179. doi:10.1016/j.lwt.2010.03.017
- Umbach S. L., Davis E. A., Gordon J. et Callaghan P. T. (1992). Water self-diffusion coefficients and dielectric properties determined for starch-gluten-water mixtures heated by microwave and by conventional methods. *Cereal chemistry*, vol. 69, n° 6, p. 637-642.
- Vander Vorst A., Rosen A. et Kotsuka Y. (2005). *RF/Microwave Interaction with Biological Tissues*. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc. doi:10.1002/0471752053
- Venkatesh M. S. et Raghavan G. S. V. (2004). An Overview of Microwave Processing and Dielectric Properties of Agri-food Materials. *Biosystems Engineering*, vol. 88, n° 1, p. 1-18. doi:10.1016/j.biosystemseng.2004.01.007
- Wang J., Tang J., Wang Y. et Swanson B. (2009). Dielectric properties of egg whites and whole eggs as influenced by thermal treatments. *LWT - Food Science and Technology*, vol. 42, n° 7, p. 1204-1212. doi:10.1016/j.lwt.2009.02.018
- Wang M. (2017). *Système radio-fréquence sans contact pour la caractérisation diélectrique de tissus biologiques*, Thèse de doctorat en Electronique et optoélectronique, nano- et microtechnologies, 11 janvier, Orsay
- Wang Y., Wig T. D., Tang J. et Hallberg L. M. (2003). Dielectric properties of foods relevant to RF and microwave pasteurization and sterilization. *Journal of Food Engineering*, vol. 57, n° 3, p. 257-268. doi:10.1016/S0260-8774(02)00306-0
- Wilkie-Chancellier N., Serfaty S., Griesmar P., Diraison Y. Le Huérou J.-Y. (2011). Inductive magneto-acoustic technique for viscous fluids monitoring. *Ultrasonics Symposium (IUS), IEEE International*, October, France, p. 1107-1110.
- Xu Z.-M., Emmanouelidou D. G., Raphaelides S. N. et Antoniou K. D. (2008). Effects of heating temperature and fat content on the structure development of set yogurt. *Journal of Food Engineering*, vol. 85, n° 4, p. 590-597. doi:10.1016/j.jfoodeng.2007.08.021
- Zhang W., Liu F., Nindo C. et Tang J. (2013). Physical properties of egg whites and whole eggs relevant to microwave pasteurization. *Journal of Food Engineering*, vol. 118, n° 1, p. 62-69. doi:10.1016/j.jfoodeng.2013.03.003
- Zhou X. (2016). *Nouveau système de contrôle radiofréquence de micro-algues pour la santé et le bien-être*. Université de Cergy-Pontoise.
- Zhu X., Guo W. et Liang Z. (2015). Determination of the Fat Content in Cow's Milk Based on Dielectric Properties. *Food Bioprocess Technol*, 8, p. 1485-1494. doi:10.1007/s11947-015-1508-x
- Zou Y. et Guo Z. (2003). A review of electrical impedance techniques for breast cancer detection. *Medical Engineering & Physics*, vol. 25, n° 2, p. 79-90. doi:10.1016/S1350-4533(02)00194-7